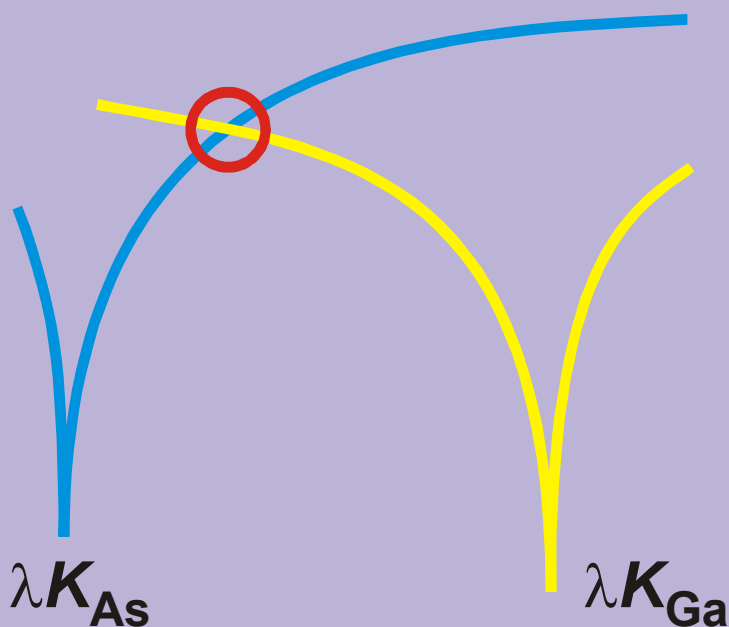


Л. И. Даценко, В. П. Кладько,  
В. Ф. Мачулин, В. Б. Молодкин

Динамическое рассеяние  
рентгеновских лучей  
реальными кристаллами  
в области аномальной дисперсии



# Оглавление

<b>Предисловие .....</b>	<b>11</b>
<b>Глава 1. Экспериментальное исследование интенсивностей дифракционных максимумов в совершенных кристаллах при аномальной дисперсии рентгеновских лучей.....</b>	<b>22</b>
1.1. Дифракция Брэгга в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей в кристаллах GaAs с совершенной структурой .....	23
1.2. Энергодисперсионные исследования поведения интегральной отражательной способности в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей в совершенных кристаллах GaAs.	25
<b>Глава 2. Функция атомного рассеяния и современные теоретические и экспериментальные методы ее исследования .....</b>	<b>29</b>
2.1. Атомное рассеяние и поглощение в области аномальной дисперсии .....	30
2.2. Методы расчета и экспериментального определения атомных формфакторов и дисперсионных поправок.....	41
2.3. Влияние мнимой компоненты функции атомного рассеяния на фазу рассеянной волны .....	56
2.4. Комплексный характер динамических параметров рассеяния .....	61
<b>Глава 3. Основы динамической теории рассеяния рентгеновских лучей при различных соотношениях действительной и мнимой частей структурного фактора .....</b>	<b>65</b>
3.1. Основные уравнения динамической теории в области аномальной дисперсии .....	65
3.2. Частные случаи дисперсионной поверхности, реализующиеся в случае, когда действительная часть структурного фактора равна нулю.....	71

3.3. Интерференционная прозрачность кристалла (эффект Бормана) в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей .....	75
---	----

#### **Глава 4. Некоторые аспекты измерений интенсивностей вблизи К-краев поглощения с использованием однокристалльного спектрометра .....**

**79**

4.1. Влияние геометрических факторов и аппаратурной функции на интенсивности дифракционных максимумов, измеряемых на однокристалльном спектрометре .....	79
4.2. Влияние коротко- и длинноволновых составляющих тормозного спектра на результаты измерений интегральной интенсивности .....	93
4.3. Проблемы учета фона при измерениях на сплошном спектре трубки вблизи К-краев поглощения компонент кристалла	
4.4. К вопросу определения интегральных отражательных способностей кристаллов с помощью однокристалльного спектрометра (метод эталона).....	99

#### **Глава 5. Интегральные интенсивности и их скачки в области аномального рассеяния .....**

**103**

5.1. Интегральные характеристики Елистратова — Ефимова для описания дифракционных максимумов при эффекте Бормана в кристаллах с дефектами структуры.....	103
5.2. Скачки интенсивности вблизи К-краев поглощения при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей.....	112
5.3. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на тепловых колебаниях решетки вблизи К-края поглощения германия	114
5.4. Влияние фононов на аномальную дисперсию рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения в кристаллах антимонида индия .....	120

5.5. Изучение структурных искажений, образующихся при распаде твердых растворов As и Li в германии, и их влияние на динамическое рассеяние рентгеновских лучей.....	127
5.6. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей с длинами волн, близкими к К-краю поглощения Ge, на радиационных дефектах .....	142
5.7. Поглощение и рассеяние рентгеновских лучей при Лауэ-дифракции в кристаллах с хаотически распределенными дислокациями .....	147
5.8. Влияние поверхностных слоев с сильно нарушенной структурой на динамическое рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения Ge .....	155
5.9. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на упругих искажениях решетки вблизи К-края поглощения Ge .....	162
5.10. Рассеяние рентгеновских лучей в бинарных кристаллах (GaAs, CdTe), не содержащих дислокаций.....	170
5.11. Обсуждение результатов и выводы .....	184

## **Глава 6. Динамические эффекты при рассеянии рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии для квазизапрещенных рефлексов .....**

6.1. Физические основы определения величины нестехиометрии кристаллов и эпитаксиальных слоев при дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных рефлексов.....	191
6.2. Особенности Лауэ-дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных рефлексов в области аномальной дисперсии в кристаллах GaAs для случая слабых и высоких уровней поглощения .....	196
6.3. Анализ толщинных зависимостей интегральной отражательной способности вблизи К-краев поглощения компонент кристаллов GaAs, а также одновременный контроль микродефектов и стехиометрии квазизапрещенных рефлексов.....	204

6.4. Маятниковые осцилляции интенсивности в кристаллах GaP в условиях асимметричной Лауэ-дифракции рентгеновских лучей.....	214
6.5. Анализ энергетических зависимостей интегральной отражательной способности Лауэ-дифракции рентгеновских лучей в GaAs при равенстве нулю действительной части структурного фактора.....	221
6.6. Влияние дефектов кулоновского типа и нестехиометрии на энергетическую зависимость характеристик рентгеновской динамической дифракции Брегга рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии.....	231
6.7. Обсуждение основных результатов определения структурных и химических характеристик бинарных кристаллов .....	249

## **Глава 7. Рентгеновская флуоресценция и дифракция в условиях аномальной дисперсии ..... 251**

7.1. Краткое изложение теории вторичных процессов при дифракции рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии .....	251
7.2. Стоячие рентгеновские волны при высоких уровнях поглощения и выход флуоресценции .....	254
7.3. Стоячие рентгеновские волны при условии равенства нулю действительной части структурного фактора .....	258
7.4. Некоторые аспекты применения метода стоячих рентгеновских волн при исследовании структуры реальных кристаллов .....	260

## **Глава 8. Прикладные аспекты методики анализа интегральных интенсивностей и их скачков вблизи К-краев поглощения..... 266**

8.1. Рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения в тонких монокристаллах бинарных полупроводников..	266
8.2. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах CdTe с макровыделениями фаз Te и Cd.....	274
8.3. Применение метода отношений интенсивностей Лауэ-дифракции вблизи $\lambda_K$ для изучения структурного совершенства гетероэпитаксиальных систем .....	280
8.4. Влияние степени совершенства пленок Ge и GaAs на скачки интегральной интенсивности вблизи К-краев поглощения в случае дифракции на отражение .....	287
8.5. Изучение дефектов структуры и нестехиометрии в GaAs при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей в области длин волн, близких к К-краям поглощения атомов .....	291
8.6. Структурные и композиционные нарушения в пленках GaAs:Si/GaAs, выращенных методом жидкофазной эпитаксии.....	299
8.7. Применение скачков интенсивностей для контроля нестехиометрии кристаллов .....	306

**Заключение ..... 310**

Список литературы к главе 1.....	314
Список литературы к главе 2.....	315
Список литературы к главе 3.....	320
Список литературы к главе 4.....	322
Список литературы к главе 5.....	325
Список литературы к главе 6.....	336
Список литературы к главе 7.....	344
Список литературы к главе 8.....	347

## Предисловие

Изучение рассеяния рентгеновских лучей (РЛ) в области аномальной дисперсии остается актуальным и в настоящее время, поскольку как действительная, так и мнимая части коэффициентов Фурье поляризуемости периодической среды, с помощью которых можно характеризовать степень совершенства кристалла, варьируются с длиной волны излучения подобно соответствующим частям атомного фактора. Достаточно отметить, что аномальному рассеянию РЛ были посвящены конференции в Мадриде в 1974г. (см. сборник трудов “Anomalous scattering” под редакцией S.Ramaseshan`a и S.C.Abrahams`a), а также в Маленте (Германия, 1992г.) (см. сборник трудов “Resonant Anomalous X-ray Scattering. Theory and Applications” Ed. by G.Materlik, C.J.Sparks and K.Fisher, 1994, North Holland, Amsterdam, London, New York, Tokyo). В этих трудах обсуждается современное состояние теории и эксперимента в области аномального рассеяния РЛ, включая и новые возможности, связанные с применением синхротронного излучения. Вопросы, касающиеся развития современной динамической теории рассеяния РЛ и определения интегральных характеристик рассеяния оказались вне внимания этих сборников трудов (за исключением нескольких работ, выполненных с помощью рентгеновской интерферометрии и техники стоячих волн). Меж тем именно вблизи К-края поглощения вещества существуют уникальные возможности определения не только статического фактора Дебая — Валлера и коэффициента экстинкции излучения, но и нарушений правильного химического состава (нестехиометрии) многокомпонентных кристаллов.

Хорошо известно, что дифракция РЛ адекватно описывается динамической теорией рассеяния излучения в совершенной

периодической среде большой протяженности, т.е. когда толщина кристалла превышает экстинкционную длину, на которой формируется дифракционный максимум. Благодаря многократности актов рассеяния (второе приближение Борна в задаче рассеяния излучения) в кристалле формируются самосогласованные блоховские волны, модулированные трехмерной периодической средой. Именно динамическая теория, как показали труды М. Лауэ, В.Г. Захариазена, З.Г. Пинскера, последовательно объясняет такие интересные явления, как эффект Бормана, экстинкция, взаимодействие излучения с кристаллической средой. Высокая чувствительность блоховских волн к малейшим нарушениям периодичности атомных рассеивающих центров, которая была впервые показана Г. Борманом, Г. Гильдебрандтом, А.М. Елистратовым и другими авторами, послужила стимулом для развития экспериментальных методов диагностики степени совершенства кристалла. Экспериментальные исследования в области рассеяния РЛ искаженными кристаллами, проведенные различными авторами, были направлены на определение интегральных (усредненных по облучаемому объему) характеристик процесса рассеяния реальной кристаллической средой, содержащей дефекты различной природы. Важнейшими из них являются статический фактор Дебая — Валлера  $L$  и коэффициент экстинкции  $\mu_{ds}$ , возникающий вследствие диффузного рассеяния излучения на дефектах структуры. Эти параметры независимо друг от друга были введены М.А. Кривоглазом и П. Дедерихсом.

Известно, что дифракция РЛ в совершенной периодической среде большой протяженности (толщина значительно превышает длину экстинкции) хорошо описывается динамической теорией рассеяния излучения идеальным кристаллом. В условиях динамической дифракции РЛ даже слабые (порядка величины диэлектрической восприимчивости кристалла  $10^{-7} \div 10^{-6}$ ) деформации кристаллической решетки приводят к существенным изменениям дифракционных параметров вследствие нарушения когерентности волновых полей (блоховских волн). Это обстоя-



тельство служит основой диагностики реальной структуры слабо искаженных кристаллов.

В последние годы достигнуты значительные успехи в разработке динамической теории дифракции РЛ на неидеальных кристаллах, содержащих дефекты различного рода, распределенные однородно в объеме кристалла. Вследствие многократности механизмов взаимодействия излучений с искаженным кристаллом не существует единого подхода к анализу дифракции РЛ в реальных кристаллах. Так, например, статистическая динамическая теория Н. Като, не рассматривающая искажений среды за счет конкретных дефектов, получила развитие в трудах этого ученого и в работах его последователей (Ф.Н. Чуховский, В.А. Бушуев, В. Гольй, Ю. Гайгей). Динамическая теория рассеяния излучений в кристаллах с макроскопически однородно распределенными дефектами различного типа развита в работах В.Б. Молодкина. В этом подходе установлена связь дифракционных параметров кристаллической среды с характеристиками дефектной структуры и предсказаны динамические эффекты в диффузном рассеянии РЛ.

Среди многих экспериментальных методик исследования структурного совершенства кристаллов наиболее точным принято считать метод измерения маятниковых осцилляций интенсивности в кристаллах (Pendellösung). Этот эффект, который заключается в осциллирующей зависимости отражательной способности в геометрии Лауэ от толщины кристалла, отсутствует в сильно искаженных кристаллах, характеризующихся высоким уровнем статического фактора Дебая — Валлера ( $L$  порядка  $l$ ). Однако в слабо искаженных средах ( $L \ll l$ ) указанное явление сохраняется, причем период осцилляций в них равен перенормированной на величину статического фактора  $L$  экстинкционной длине  $l$ . Эффект маятниковых колебаний, как известно, связан с пространственной структурой волновых полей, возникающих в периодической среде при выполнении условий Брэгга. Его проявление в значительной мере зависит от харак-

тера взаимодействия излучения с веществом (РЛ или нейтроны), что стало основой высокоточных методов измерения амплитуд рассеяния, позволяющих изучать структуру реальных кристаллов. Используя Лауэ-дифракцию в тонком кристалле, когда путем наклона образца при сохранении брэгговского угла искусственно увеличивается путь волнового поля в кристалле, можно определить корреляционную длину ближнего порядка  $\tau$  Н. Като. Возможности метода регистрации маятниковых осцилляций интегральной отражательной способности (ИОС) могут быть значительно расширены при дифракции  $\gamma$ -излучения. В этом случае за счет большого числа осцилляций в толстых кристаллах удается с большой точностью установить значения структурных факторов и значения  $L$  для различных рефлексов.

Конкурирующим по чувствительности к слабым искажениям структуры является метод рентгено-акустического резонанса И.Р. Энтина. С помощью этого метода удалось дискриминировать наличие в кристаллах Si распределенных макроскопических и локализованных деформационных полей.

Основные экспериментальные исследования интегральных дифракционных максимумов в реальных моноатомных кристаллах (германий, кремний, медь) с использованием характеристических РЛ были обобщены в монографиях Л.И. Даценко, В.Б. Молодкина и М.Е. Осинковского, а также В.Ф. Мачулина и В.И. Хрупы. Кроме анализа случая слабо поглощающих кристаллов В.Ф. Мачулин и В.И. Хрупа рассматривают влияние дефектов структуры на рентгено-акустический резонанс в реальном кристалле, позволяющий дискриминировать наиболее информативную (диффузную) компоненту рассеяния.

Значительный интерес в связи с развитием исследований с применением полихроматического излучения синхротрона приобрели работы, выполненные в области аномальной дисперсии РЛ вблизи К-края поглощения вещества (гл.1). Близость длины волны к К-краю поглощения, как известно, приводит к характерным изменениям атомного формфактора. Эти изменения,

как показали Г. Хёнль и другие авторы, радикально меняют характер взаимодействия электронного облака атома с излучением (гл.2). Г. Мольером и М. Лауэ было показано существенное изменение основных уравнений динамической теории рассеяния РЛ, описывающих формирование периодического волнового поля. Появляются специфические добавки к функции восприимчивости среды, а значит, и к структурному фактору (гл.3).

Специфике измерений интенсивностей на однокристалльном спектрометре (ОКС), с помощью которого авторами данной работы была получена основная масса экспериментальных результатов авторов, посвящена гл.4. В ней анализируются различные инструментальные факторы, их влияние на измеряемые интенсивности и даются рекомендации по правильному учету этих факторов.

Особенности вариаций действительной и мнимой частей атомного формфактора вблизи К-края поглощения вещества позволяют, как показано в работах Л.И. Даценко и В.П. Кладько с соавторами, решить задачу определения основных интегральных характеристик структурного совершенства в кристаллах с дефектами структуры различного типа. В этих работах было впервые показано, что, анализируя при эффекте Бормана толщинные зависимости скачков (отношений) интенсивностей, измеренных вблизи К-края поглощения при Лауэ-дифракции РЛ, можно определить в реальном кристалле величину статического фактора Дебая — Валлера  $L$ . Другая характеристика рассеяния — коэффициент экстинкции  $\mu_{ds}$  при таком подходе выпадает вследствие симметричности закона изменения действительной части атомного формфактора по отношению к К-краю поглощения вещества. Знание параметра  $L$  дает возможность определить коэффициент экстинкции из наклона толщинной зависимости одной из интегральных интенсивностей дифракционных максимумов для длин волн РЛ вблизи К-края. Далее, используя результаты теории Кривоглаза — Дедерихса касаю-

щиеся зависимости параметров  $L$  или  $\mu_{ds}$  от дифракционного вектора для отражений разных порядков дифракции, можно установить природу доминирующего типа микродефектов в кристалле (кластеров или дислокационных петель), а также определить основные их параметры — концентрацию и средний радиус. Эти результаты, а также характерные особенности динамического рассеяния РЛ в кристаллах с дефектами, возникающими при распаде пересыщенных твердых растворов, и в кристаллических средах, облученных быстрыми нейтронами, рассматриваются в гл.5. Кроме того, здесь анализируются влияние тепловых колебаний решетки, а также дислокаций и макроскопических деформаций на скачки интенсивностей вблизи К-края поглощения. Было установлено, что для первых двух типов искажений периодичности основные изменения интенсивностей дифракционных максимумов происходят за счет потери энергии, обусловленной экстинкцией излучения, а также благодаря появлению интенсивной диффузной компоненты рассеяния. В случае же дислокаций и тепловых колебаний решетки, кроме того, важную роль играет фотоэлектрический механизм ослабления интенсивности, на который оказывает влияние динамический или статический факторы Дебая — Валлера.

Предметом внимания гл.6 были динамические эффекты в бинарных кристаллах (GaAs, InSb, CdTe), которые проявляются при использовании так называемых квазизапрещенных рефлексов (КЗР). Действительная часть структурного фактора таких отражений, пропорциональная разности атомных факторов атомов подрешеток, в области аномальной дисперсии может быть близкой к нулю. Поэтому в определенных участках длин волн тормозного спектра, расположенных между К-краями поглощения компонент, где влияние эффектов аномальной дисперсии особенно велико, интенсивность дифракционного максимума зависит только от мнимой части восприимчивости среды. В этих условиях, как было показано в работах различных авторов, характер основного геометрического образа

динамической теории дисперсионной поверхности претерпевает существенные изменения. Эволюция формы дисперсионной поверхности, а также вытекающих отсюда изменений формы дифракционного максимума при варьировании значения отношения действительной и мнимых частей структурного фактора обсуждаются в гл.3. Эти результаты крайне интересны с точки зрения проведения будущих экспериментов на интенсивных пучках синхротронного излучения.

Вопросы, связанные с появлением флуоресцентного излучения при измерениях в области длин волн вблизи К-края поглощения, рассмотрены в гл. 7.

Близость к нулю действительной части структурного фактора для КЗР, как показал И. Фуджимото с сотрудниками, является основой для развития очень чувствительного метода определения отклонения состава бинарных кристаллов от стехиометрического состояния. К сожалению, эти работы, выполненные в предположении, что структурные дефекты не оказывают существенного влияния на интенсивности КЗР, являются только первым приближением при анализе характера рассеяния реальным кристаллом, содержащим дислокации и так называемые кулоновские центры деформации. Применение динамической теории рассеяния реальным кристаллом, развитой в работах В.Б. Молодкина с соавторами, в отличие от первого приближения Борна, используемого в работах И. Фуджимото, позволяет определить не только степень отклонения состава бинарного кристалла от идеального, но и получить характеристики дефектной структуры. Такие исследования, выполненные нами в области аномальной дисперсии РЛ для КЗР (гл. 8), привели к определению как дефектных, так и композиционных характеристик кристаллов арсенида галлия, сильно легированных кремнием. Эти работы касаются в первую очередь влияния нестехиометричности на период маятниковых колебаний интенсивности КЗР в длинноволновой области вблизи К-края, где может

быть реализовано приближение так называемого тонкого кристалла.

Используя одновременно и наблюдения маятниковых колебаний для обычных (структурных) рефлексов, по формулам теории В.Б. Молодкина можно рассчитать и характеристики дефектной структуры, состоящей из кулоновских центров деформации. Указанная теория позволяет также выполнить подгонку рассчитанной спектральной зависимости (от длины волны) отражающей способности реального кристалла к экспериментальному графику в случае дифракции Брэгга. Это особенно ценно, поскольку такая схема дифракции позволяет проводить измерения, как в тонких пленках, так и в массивных образцах бинарных кристаллов. В результате были развиты новые неразрушающие методы одновременного контроля реальной структуры и композиционного состава бинарного кристалла. Эти методы, а также методы контроля сегрегаций компонент кристаллов излагаются в гл. 8. Вторую задачу удалось решить при анализе толщинных зависимостей К-скачков поглощения для обоих компонент кристалла в приближении тонкого кристалла в понимании динамической теории рассеяния излучения.

Авторы данной монографии считают своим приятным долгом выразить благодарность А.Н. Гурееву, М.Я. Скороходу, Е.Н. Кисловскому, В.И. Хрупе, С.И. Олиховскому, И.В. Прокопенко, Т.Г. Крыштаб, Г.И. Гудзенко, В.В. Николаеву, Д.О. Григорьеву, Н.Ф. Короткевич, Г.Г. Шматко, А.С. Васильковскому, принимавшим активное участие в исследованиях динамического рассеяния рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии, а также Н.Н. Проскуренко за помощь в подготовке рукописи к печати.

## Список основных условных обозначений и сокращений

- АПРЛ — аномальное прохождение рентгеновских лучей  
БТСК — ближняя тонкая структура края  
ВЭ — вторичная экстинкция  
ДКС — двукристалльный спектрометр  
ДР — диффузное рассеяние  
ДРРЛ — динамическое рассеяние рентгеновских лучей  
ДП — дисперсионная поверхность  
ИИ — интегральная интенсивность  
ИКП — интерференционный коэффициент поглощения  
ИОС — интегральная отражательная способность  $R_i$   
КЗР — квазизапрещенные рефлексy  
МОИ — маятниковые осцилляции интенсивности  
МСВИ — масс-спектрометрия вторичных ионов  
НПС — нарушенный поверхностный слой  
ОКС — однокристалльный спектрометр  
ОР — обратная решетка  
ПИОС — полная интегральная отражающая способность  
( $R_i=R_B+R_D$ )  
ПТСК — протяженная тонкая структура коэффициента поглощения вблизи К-края  
РЛ — рентгеновские лучи  
ТД — точечные дефекты  
ТДР — термодиффузное рассеяние  
 $R_B$  — когерентная часть ПИОС  
 $R_D$  — диффузная составляющая ПИОС  
 $S=i_2 / i_1$  — скачок интенсивностей вблизи К-края поглощения  
 $\exp(-L)$  — статический фактор Дебая—Валлера  
 $\exp(-M)$  — динамический фактор Дебая—Валлера  
 $F$  — структурный фактор

$P$  — фактор поляризации, равный 1 или  $\cos 2\theta$   
 $\lambda$  — длина волны рентгеновских лучей  
 $\lambda_K$  — длина волны К—края поглощения ( $\lambda_1, \lambda_2$  — соответственно коротко- и длинноволновая области)  
 $\chi$  — восприимчивость кристалла  
 $\chi_{r,i}$  — вещественная и мнимая части  $\chi$   
 $t$  — толщина кристалла  
 $\theta, \theta_B$  — брэгговский угол  
 $\Lambda$  — экстинкционная длина  
 $\mu_0$  — нормальный коэффициент фотоэлектрического поглощения  
 $\mu_i$  — интерференционный коэффициент поглощения (ИКП)  
 $\mu_{ds}$  — коэффициент экстинкции вследствие диффузного рассеяния на дефектах  
 $f_0$  — функция атомного рассеяния  
 $f', f''$  — действительная и мнимая поправки к  $f_0$   
 $J_0, I_0$  — функция Бесселя действительного и мнимого аргумента  
 $d$  — межплоскостное расстояние  
 $\delta, \varphi, \beta$  — фазовые углы  
 $A$  — разность значений ИКП вблизи К—края поглощения  
 $h, \vec{H}$  — порядок отражения, дифракционный вектор  
 $\vec{k}_0, \vec{k}_h$  — волновые векторы  
 $P$  — поляризационный множитель ( $1, \cos 2\theta_B$ )  
 $\Theta_D$  — температура Дебая  
 $T$  — температура  
 $N_d$  — плотность дислокаций ( $\text{см}^{-2}$ )  
 $u, w$  — безразмерный параметр отклонения падающего луча от точного угла Брэгга,  $\sim \theta_i - \theta_B$   
 $\Delta = C_A - C_B$  — параметр отклонения состава кристалла АВ от стехиометрического состояния



## **Сокращения в списках литературы**

УФЖ — Украинский физический журнал

ФТТ — Физика твердого тела

ФТП — Физика и техника полупроводников

# Глава 1

## **Экспериментальное исследование интенсивностей дифракционных максимумов в совершенных кристаллах при аномальной дисперсии рентгеновских лучей**

Основное внимание первых исследователей, изучавших поведение дифракционных максимумов излучения с длинами волн вблизи К-края поглощения в кристаллах с совершенной структурой, уделено полярным отражениям [1—4]. В работах [1—3] было установлено скачкообразное изменение ИОС кристалла, пиковой интенсивности в максимуме, а также полуширины  $\omega$  дифракционного максимума в области аномальной дисперсии РЛ в кристаллах GaAs и Ge с совершенной структурой. В работах [1—3] были также получены сведения, которые могли свидетельствовать о влиянии степени совершенства кристалла на скачок интенсивностей вблизи К-края поглощения вещества, которая, как было впервые показано в работе [1] могла быть использована для идентификации полярности 111 плоскости бинарного кристалла при динамической дифракции Брэгга. В работе [4] показана возможность определения интегральных характеристик структурного совершенства Елистратова — Ефимова в области аномальной дисперсии, хотя полезность скачка интенсивности вблизи К-края для этой цели и подвергалась сомнению, несмотря на известную уже в это время работу Б.Г. Захарова [3]. В главах 5 и 6 монографии, однако, отчетливо продемонстрировано, что не только само значение скачка, но и параметры зависимости этой величины от толщины позволяют количественно судить о степени отклонения реальной структуры от идеального строения, устанавливать тип доминирующих дефектов, определять их важнейшие характеристики.

Цель данной главы — обсуждение поведения интегральных интенсивностей дифракционных максимумов при дифракции Брэгга и Лауэ дифракции РЛ в указанной области длин волн для совершенных кристаллов.

### 1.1. Дифракция Брэгга в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей в кристаллах GaAs с совершенной структурой

Основываясь на динамической теории рассеяния РЛ В.Г. Захариазена [5], Г. Коул и Н. Стемпл [1] рассчитали поведение ИОС при дифракции Брэгга в идеальных и мозаичных

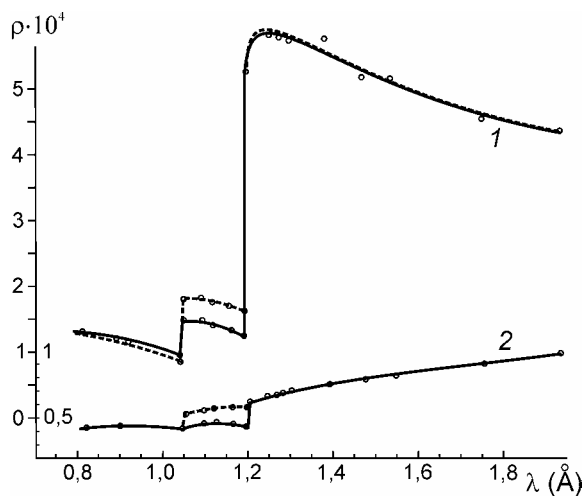


Рис. 1.1. Расчетные 111 интегральные интенсивности для идеально-мозаичного (1) и совершенного поглощающего (2) кристаллов GaAs как функция длины волны в области К-краев поглощения (штриховые кривые —  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ , сплошные кривые — 111 отражения)

кристаллах. Характер поведения рассчитанных зависимостей ИОС  $\rho$  для 111 и  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$  полярных отражений от длины волны в широком интервале частот непрерывного спектра, включая область между К-краями поглощения As и Ga, показана на

рис. 1.1 работы [1] в случаях совершенного (нижняя кривая) и мозаичного (верхняя кривая) образцов. Хорошо видны скачки ИОС

вблизи К-краев поглощения Ga и As, их асимметрия для  $111$  и  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$  отражений. Интересно, что скачок поглощения As (более сильно поглощающего, чем Ga) практически отсутствует при  $111$  отражении в совершенном кристалле. Авторы обсуждаемой работы впервые ввели понятие скачка (отношения) интенсивностей  $r$ , измеренных соответственно в длинноволновой и коротковолновой областях длин волн вблизи К-края поглощения. Оказалось, что параметр  $r$  характеризует не только тип поверхности ( $111$  или  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ), но и кристаллическое состояние образца (совершенный и мозаичный кристаллы). Так, для совершенного кристалла при отражении  $111$  значение скачка у К-края Ga ( $r_{\text{Ga}}=1,44$ ), больше, чем у К-края As ( $r_{\text{As}}=1,02$ ), в то время, как противоположной поверхности ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$  грани), преобладает значение  $r_{\text{As}}=1,34$  над  $r_{\text{Ga}}=1,08$ . Эти закономерности в случае мозаичного кристалла проявляются более четко.

Теоретические результаты, показанные на рис. 1.1, были подтверждены в работе [1] экспериментально с помощью однокристалльного спектрометра и сцинтиляционного детектора. Г. Коул и Н. Стемпл [1] также показали, что другое отношение,  $r_h = \rho_{111} / \rho_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}}$ , где  $\rho_{111}$  и  $\rho_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}}$  ИОС для отражений  $111$  и  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$  соответственно, остается неизменным в случаях рассеяния РЛ мозаичным и совершенным кристаллами. Этот интересный вывод подвергся, однако, критике в более поздних работах [6—9], выполненных с помощью более точной энергодисперсивной дифрактометрии. В то же время ценность развитого в работе [1] метода определения поляризации по величине скачка интенсивности  $r$  для бинарного кристалла остается несомненной и сейчас. В работе Б.Г. Захарова [3] метод регистрации скачка интенсивности получил дальнейшее развитие для изучения степени совершенства пленок GaAs. В более поздних наших работах (см. литературу к гл. 5) был развит количественный метод анализа зависимостей скачков интенсивностей от толщины кристалла у К-края поглощения вещества при Лауэ-дифракции РЛ,

позволяющий определять в реальных кристаллах тип доминирующих дефектов, а также их важнейшие характеристики.

## 1.2 Энергодисперсионные исследования поведения интегральной отражательной способности в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей в совершенных кристаллах GaAs

В отличие от традиционной дифрактометрии (зависимость картины спектра от угла поворота образца), которая не обеспечивает приемлемого в настоящее время разрешения особенностей поведения интенсивностей дифрагированного пучка в области аномальной дисперсии

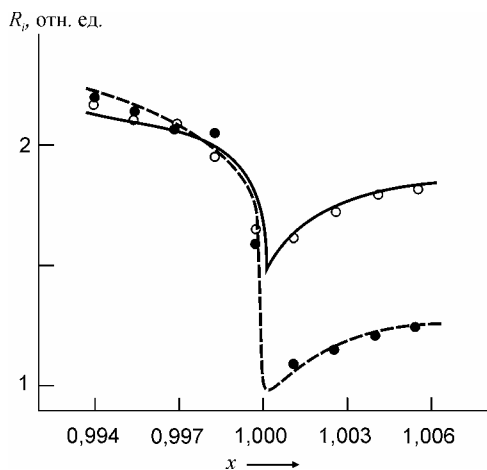


Рис. 1.2. Изменения интенсивности рефлекса 440 в GaAs вблизи К-края поглощения As в зависимости от  $X = \lambda/\lambda_K$  в случае дифракции Брэгга (экспериментальные данные: о — после химического травления, • — после механической полировки; расчетные данные: — — идеальный кристалл, --- — мозаичный кристалл)

в серии работ Т. Фукамаши, С. Хосойи с сотрудниками [6—8] применялась энергодисперсионная регистрация спектров тормозного излучения обычной отпаянной трубки, а также синхротронного ускорителя электронов. Это дало возможность более близко (порядка 1эВ) подойти к К-краю поглощения Ga и As в кристаллах GaAs, проверить соответствие экспериментальных и теоретических значений ИОС в области аномальной дисперсии, а также поведение параметра поляризации  $r_h$  для структурных и сверхструктурных отражений, как для дифракции Брэгга, так и для Лауэ-дифракции.

Оказалось, что экспериментальные вариации интенсивности в образцах GaAs, которые авторы считали совершенными (в некоторых кристаллах присутствовали дислокации с плотностью порядка  $10^4 \text{ см}^{-2}$ ), в целом удовлетворительно совпадают с данными расчета по формулам динамической теории рассеяния Майяки [6, 7]. Вместе с тем согласование значений ИОС для дифракции Брэгга (рис. 1.2) и Лауэ-дифракции (рис. 1.3) хуже вблизи К-края поглощения. Одну причину этого факта авторы связывали с недостаточной точностью поправок Г. Хёнля к атомному формфактору в указанной области длин волн (коле-

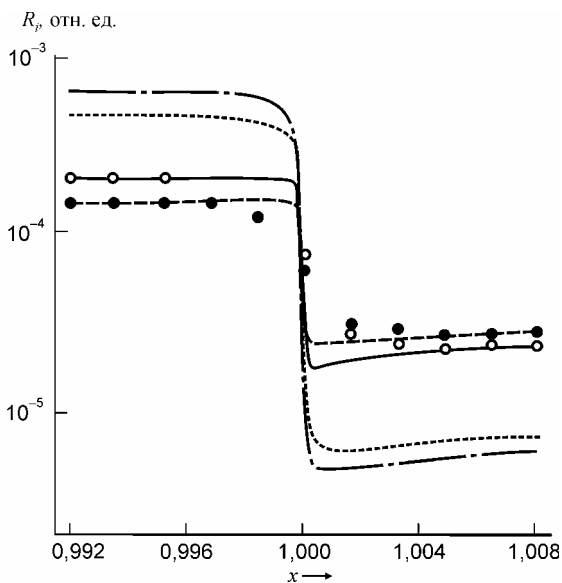


Рис. 1.3. Изменения интенсивностей рефлексов типа  $3\bar{3}3$  (o) и  $\bar{3}33$  (•) в кристаллах GaAs в случае Лауэ дифракции вблизи К-края поглощения As в зависимости от  $X=\lambda/\lambda_K$  (расчетные данные: для идеального кристалла — (333), --- — ( $\bar{3}33$ ); для мозаичного кристалла --- — (333), ..... — ( $\bar{3}33$ ))

бания интенсивности, связанные с появлением тонкой структуры спектров поглощения у К-края, EXAFS). Было высказано также предположение о возможном влиянии дефектов структуры через структурную амплитуду. В работе [8] с помощью экспериментального исследования поведения ИОС, а также коэффициента фотоэлектрического поглощения  $\mu$ , вблизи К-краев поглощения с последующими расчетами по теории Хёнля были получены зависимости действительной  $f'$  и мнимой  $f''$  частей поправок к

атомному формфактору Ga и As. На расстоянии порядка 20 эВ от К-краев поглощения, где тонкая структура спектра EXAFS проявляется слабо, согласование экспериментальных и теоретических значений ИОС удовлетворительное. Вблизи же К-края поглощения необходимо применять более современные теории [10].

Что касается слабых сверхструктурных отражений (например, 666), то интенсивности дифракционного пучка, рассчитанные по кинематической и динамической теориям рассеяния РЛ, оказались близкими между собой, а также с экспериментальными значениями, измеренными в коротковолновой области К-края поглощения As (эффект малой чувствительности слабых отражений к характеру реальной структуры). Причина этого явления детально обсуждается в гл. 6, где для интерпретации экспериментальных результатов использована теория В.Б. Молодкина, развитая для кристаллических сред с однородно распределенными дефектами.

Предположение о влиянии дефектов структуры на характер поведения ИОС в области аномальной дисперсии РЛ, сделанное в работе [6], было проверено Т. Фукумачи с сотрудниками для кристаллов GaAs [11] и CuJ [12] на примере тепловых колебаний решетки (фононов). Отметим при этом, что влияние фононов на скачки интенсивности вблизи К-края поглощения вещества было изучено нами ранее при Лауэ-дифракции РЛ в Ge [13] и InSb [14] (см. гл. 5). Не останавливаясь здесь на этих работах, отметим показательный результат расчета влияния фононов в CuJ на интегральные отражающие способности 555 отражений для нескольких значений показателя теплового фактора  $B$  Дебая — Валлера [12], показанного на рис. 1.4. Легко видеть, что с увеличением характеристики  $B$  от 0 до  $5,0 \text{ \AA}^2$  параметр  $r_{555} = R_{555} / R_{\bar{5}\bar{5}\bar{5}}$  стремится к 1 (уменьшение эффекта полярности благодаря росту амплитуды тепловых колебаний атомов меди в CuJ). Тем самым убедительно показана возможная роль структурных дефектов, наличие ко-

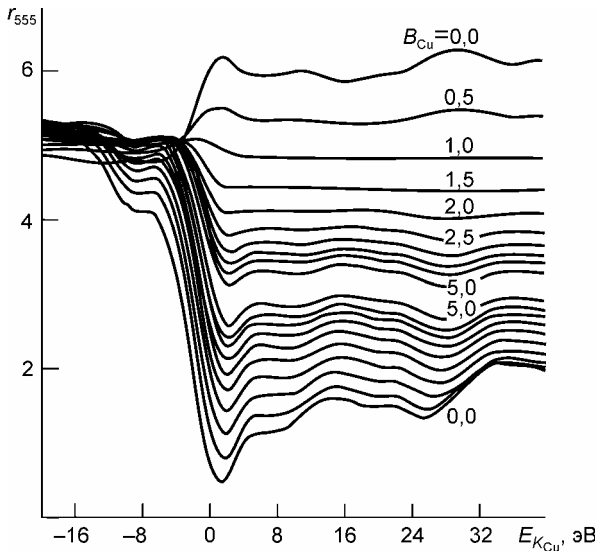


Рис. 1.4. Интегральные отражающие способности для рефлексов типа 555 как функции энергии пучка в единицах  $\text{CuK}_\alpha$ -края поглощения ( $E_{K_{\text{Cu}}} = 8980$  эВ)

торых в решетке кристалла можно описать с помощью статического фактора Дебая — Валлера  $L$ , являющегося аналогом теплового фактора  $M$  в случае фононов. Предметом обсуждения этого вопроса является гл.5, в которой рассмотрены результаты исследования влияния дефектов различной природы на рассеяние РЛ в области аномальной дисперсии РЛ.



## Глава 2

# Функция атомного рассеяния и современные теоретические и экспериментальные методы ее исследования

Широко используемые варианты динамической теории рассеяния РЛ [1, 2] относятся к случаям прозрачной среды или слабо поглощающего кристалла. Такое приближение теории является достаточно обоснованным для тонких кристаллов, не содержащих атомов тяжелых элементов, и для коротковолнового излучения вдали от  $K$ -краев поглощения атомов решетки. Переход же к общему случаю, учитывающему приближение толстого кристалла и РЛ с различными длинами волн, требует учета дисперсионных поправок к рассеивающей способности атомов, а также влияния упругих и неупругих каналов рассеяния. Для структурного рентгеновского анализа наибольшее значение имеет процесс упругого (когерентного и некогерентного) рассеяния, потому что именно оно обуславливает возникновение дифракционных максимумов. Некогерентное же рассеяние принимает участие в формировании общего фона. Поэтому основная часть данной работы посвящена анализу и применению именно упругой составляющей излучения. Однако в области резонансных частот, особенно для атомов тяжелых элементов, где вклад неупругих каналов рассеяния является существенным, необходим их корректный учет. Сосредоточим внимание читателя на этих в какой-то мере известных вопросах, поскольку современному толкованию атомного формфактора уделяется большое внимание в связи с развитием уникальных экспериментальных методов и широким применением синхротронного излучения.

## 2.1. Атомное рассеяние и поглощение в области аномальной дисперсии

Остановимся кратко на основных характеристиках упругих и неупругих каналов рассеяния. Одним из основных процессов взаимодействия электромагнитного излучения с атомом является фотоэлектрическое поглощение (фотоэффект). Этот канал рассеяния характеризуется известной кривой поглощения в функции от длины волны  $\lambda$  или частоты электромагнитного излучения и имеет точки разрыва, называемые скачками поглощения для  $K$ -,  $L$ -,  $M$ - оболочек и следующих оболочек атома. Сечение взаимодействия фотоэффекта есть вероятность данного вида взаимодействия фотона с веществом. Оно зависит от энергии фотона и от атомного номера элемента, с которым происходит взаимодействие. При фотоэффекте фотон полностью поглощается атомом. Этот процесс требует минимальной энергии, равной энергии связи электрона. Энергия, получаемая от фотона, тратится на вырывание электрона из атома и на сообщение уже свободному электрону кинетической энергии. Известно, что вероятность фотоэффекта максимальна, когда энергия фотона незначительно превышает некоторое критическое значение. Свойства фотоэффекта можно сформулировать следующим образом. Зависимость сечения фотоэффекта от энергии пропорциональна примерно  $E^{-3}$ , где показатель степени изменяется с изменением атомного номера элемента  $Z$ , и в слабопоглощающих средах он возрастает до 3,5. Для заданной энергии вероятность фотоэффекта зависит от  $Z$  (электронное сечение фотоэффекта изменяется примерно как  $Z^3$ , а полное атомное сечение пропорционально  $Z^4$ ). Отсюда следует, что вероятность фотоэффекта (кривая 1) резко повышается с уменьшением энергии возбуждающего излучения как показано на примере атома Ge (рис. 2.1).

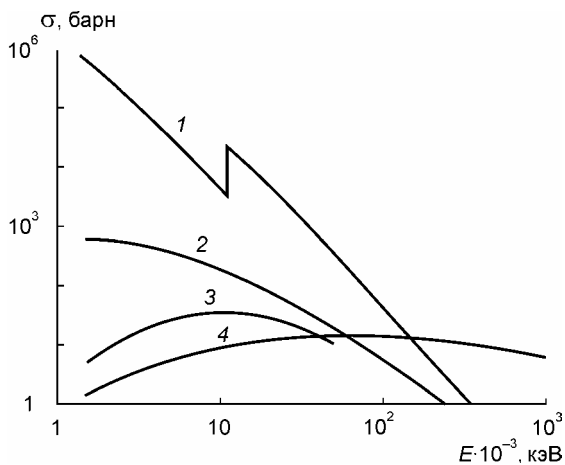


Рис. 2.1. Эффективное поперечное сечение (1 барн =  $1 \cdot 10^{-24}$  см<sup>2</sup>) фотоэффекта (1), когерентного (2), термодиффузного (3), некогерентного (4) рассеяния в Ge

Для ансамбля рассеивающих атомов, состоящего из различных их сортов, этот процесс может быть когерентным или некогерентным в зависимости от расположения атомов. Часто предполагается, что рэлеевское рассеяние является упругим процессом. Однако рассеяние на свободных атомах не может быть строго упругим, потому что фононы теряют энергию. В кристаллической решетке этот процесс незначительный, поскольку кристалл поглощает, как целое. Однако взаимодействие с колебаниями атомов в решетке (фононами) может дать выход неупругого термодиффузного (кривая 3) рассеяния.

Некогерентное (кривая 4) рассеяние (комптоновское) может быть вызвано столкновением между фотоном и случайным электроном. Это рассеяние неупругое, потому что фотон теряет некоторую часть энергии и меняет соответственно длину волны.

Процессы взаимодействия излучения с веществом приводят также к рентгеновской флуоресценции и выходу электронов, фотоэлектронов, Оже-электронов и комптоновской потере элек-

Когерентное (кривая 2) или рэлеевское рассеяние является процессом, когда фотоны рассеиваются на связанных с атомом электронах, и в котором атомы не ионизированы и не возбуждены. Рассеяние от разных частей распределенного в атоме заряда будет тогда когерентным и будут наблюдаться интерференционные эффекты.

электронов. Полное сечение фотон-атомного взаимодействия можно записать в виде

$$\sigma_{tot} = \tau + \sigma_{coh} + \sigma_{incoh}, \quad (2.1)$$

где  $\tau$  — сечение фотоэффекта.

Основы теории комптоновского рассеяния, предполагающие электрон изначально свободным и в состоянии покоя, были разработаны О. Кляйном и И. Нишиной [3]. В области, где комптоновское рассеяние составляет большую часть, эта теория хорошо применима. Дифференциальное сечение захвата для рассеяния связанных электронов может быть записано как

$$d\sigma_{inc} / d\Omega = I(\vec{q}, Z) d\sigma^{KN} / d\Omega, \quad (2.2)$$

где  $\sigma^{KN}$  — сечение захвата и  $I(\vec{q}, Z)$  — функция некогерентного рассеяния. Для больших значений векторов рассеяния эта функция стремится к  $Z$  (см. рис.2.2).

Теория комптоновского рассеяния в динамическом режиме была развита в работе [6]. В ней приведены графики расчетных значений вклада комптоновского рассеяния в нормальный коэффициент поглощения в зависимости от температуры и длины волны. Показано, что вклад комптоновского рассеяния возрастает с уменьшением длины волны и порядкового номера элемента. Температура очень слабо влияет на эту составляющую.

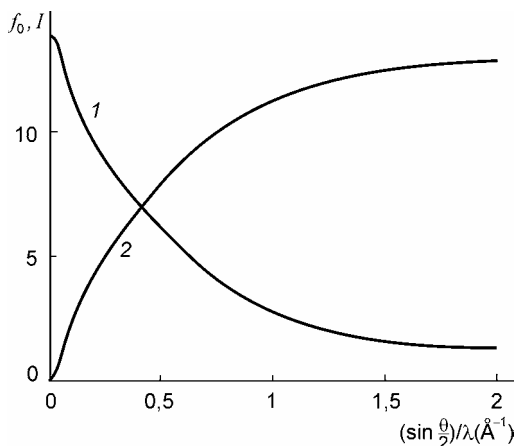


Рис. 2.2. Атомный фактор рассеяния  $f_0$  и функция некогерентного рассеяния  $I$  в кремнии

значений вклада комптоновского рассеяния в нормальный коэффициент поглощения в зависимости от температуры и длины волны. Показано, что вклад комптоновского рассеяния возрастает с уменьшением длины волны и порядкового номера элемента. Температура очень слабо влияет на эту составляющую.

В большинстве случаев условия динамической

дифракции (второе приближение Борна в задаче рассеяния) таковы, что параметрами других механизмов неупругого рассеяния меньшими, по крайней мере, на два порядка, чем упругое когерентное, можно пренебречь. Тем не менее некоторые из этих эффектов следует учитывать при проведении эксперимента.

Процесс когерентного рассеяния может быть описан, как известно, с точки зрения классической электродинамики. При взаимодействии электрона с электромагнитной волной последний приобретает колебательное движение, частота которого равна частоте колебаний электромагнитного поля. Под влиянием электрического поля  $E$  электромагнитной волны электрон получает ускорение, а движущийся с ускорением электрон излучает электромагнитную волну.

В общем случае падающий и рассеянный лучи не поляризованы. Однако известно, что всякое неполяризованное излучение можно разложить на две взаимно перпендикулярные поляризованные компоненты.

Таким образом, классическая теория, подтвержденная экспериментально, говорит, что интенсивность рассеянного одним электроном луча зависит от его направления, а само излучение частично поляризовано. Распределение интенсивности в пространстве будет аксиально-симметричным относительно направления падающего луча.

Полный поток энергии, рассеянной одним электроном по всем направлениям в пространстве, получится интегрированием величины  $I_\varphi$  по поверхности шара радиуса  $R$

$$E_p = I \left( \frac{e^2}{mc^2} \right)^2 \int \frac{2\pi R^2 (1 + \cos^2 2\vartheta) \sin 2\vartheta}{2R^2} d(2\vartheta) = I \left( \frac{e^2}{mc^2} \right)^2 \frac{8\pi}{3}, \quad (2.3)$$

откуда коэффициент рассеяния электрона

$$\sigma = \frac{E_p}{I} = \frac{8\pi}{3} \left( \frac{e^2}{mc^2} \right)^2. \quad (2.4)$$

Параметр  $(e^2/mc^2)^2$  называется фактором Томсона. Когерентные каналы атомного рассеяния включают в качестве основной величины атомную амплитуду  $f_0$ , которая является мерой амплитуды рассеянной волны, образующейся в результате падения на атом излучения данной амплитуды. Атомную амплитуду, или функцию атомного рассеяния, выражают в единицах амплитуды излучения, рассеянного единичным классическим электроном при тех же условиях (иными словами, электроном, рассеивающим, согласно формуле Томсона) и представляющую собой упругое когерентное рассеяние на оболочке атома, не зависящее от длины волны падающего излучения. Учет резонансных эффектов или дисперсии излучения корректирует значение  $f$  добавлением дисперсионных поправок  $\Delta f$ , значение и знак которых зависит от близости длины волны излучения к краям поглощения.

Если бы электроны атома были все сосредоточены в одной точке, то значение  $f$  было бы равно атомному номеру  $Z$ . Действительно, если в какой-либо точке пространства сосредоточено  $Z$  электронов, то заряд  $Q$  этой группы равен  $Q=Ze$ , а масса  $M=Zm$ , и в соответствии с формулой Томсона (2.4) амплитуда рассеянной волны  $A$  пропорциональна числу электронов  $Z$ :

$$A \approx \frac{Q^2}{M} = \frac{Z^2 e^2}{Zm} = Z \frac{e^2}{m}. \quad (2.5)$$

Однако размеры атома соизмеримы с длиной волны рентгеновских лучей, поэтому между волнами, рассеянными отдельными электронами, возникает разность фаз. Эта разность фаз равна нулю только при значении брэгговского угла  $2\vartheta=0$ . Поэтому значение  $f$  должно зависеть от  $\vartheta$  и длины волны излучения  $\lambda$ . Оно уменьшается с ростом угла  $\vartheta$ , а при  $\vartheta \rightarrow 0$  стремится к  $Z$ .

Рассмотрение рассеяния излучения атомом согласно классической теории предполагает следующие допущения.

1. Электрон атома рассеивает как свободный электрон, что означает либо слабую связь, либо то, что частота падающего электромагнитного излучения  $\omega$  очень велика по сравнению с собственной частотой колебания электрона  $\omega_0$ , но в то же время не настолько, чтобы стали существенными релятивистские поправки. Тогда электрон будет рассеивать в фазе, противоположной фазе падающего излучения.

2. Имеющиеся в атоме электроны распределены в объеме, сравнимом с размерами атома и длиной волны падающего излучения.

3. Период движения электрона по орбите больше периода колебаний падающего излучения настолько, что не происходит никаких заметных изменений в электронной конфигурации атома за время взаимодействия. Пользуясь этими предположениями, можно описать некоторые свойства функции атомного рассеяния.

При рассеянии в направлении падения не будет никакой разности хода между волнами, рассеянными электронами в различных частях атома. Поэтому амплитуда волны, рассеянной в направлении падения, будет в  $Z$  раз больше амплитуды волны, обусловленной рассеянием на одном электроном. В направлении, образующем определенный угол с направлением падающего излучения, будет иметь место разность хода между волнами, рассеянными электронами в различных частях атома. Вследствие интерференции между этими волнами, результирующая амплитуда будет меньше, чем просто в  $Z$  раз увеличенная амплитуда, обусловленная одним электроном. При этом разность фаз зависит от угла рассеяния, длины волны и объема. Таким образом, функция атомного рассеяния для малых углов рассеяния будет приближаться к  $Z$ , и уменьшаться с возрастанием угла с быстротой, обусловленной распределением электронов внутри атома для данной длины волны.

Рассмотрим основные моменты расчета функции атомного рассеяния классическими методами исходя из того, что атомы являются составной частью кристаллической решетки.

Пусть в момент времени  $t$  напряженность электрического поля луча, рассеянного электроном, расположение которого по отношению к началу координат характеризуется вектором  $\vec{r}_k$ , будет

$$E_K = E_0 \exp(i(\omega t + \varphi_k)), \quad (2.6)$$

где  $\varphi_k$  — изменение фазы луча, рассеянного  $k$ -электроном.

Напряженность электрического поля луча, рассеянного всеми  $Z$  электронами атома, можно записать как

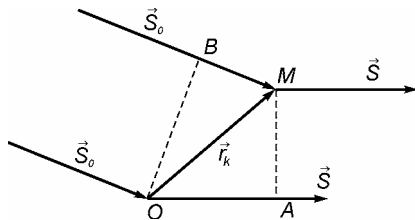
$$E_A = E_0 \sum_{k=1}^Z \exp(i(\omega t + \varphi_k)). \quad (2.7)$$

Вычислим теперь разность фаз двух лучей, рассеянных электронами, один из которых находится в начале координат — в точке  $O$ , а другой в точке, характеризующейся радиус-вектором  $\vec{r}_k$  (рис. 2.3). Разность фаз двух лучей, рассеянных электронами, определяется разностью хода  $OA - BM$  и имеет вид

$$\frac{\vec{r}_k \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0)}{\lambda} 2\pi = \Phi. \quad (2.8)$$

Вводя обозначение  $\vec{s} - \vec{s}_0 = \vec{S}$ , где  $\vec{s}$  и  $\vec{s}_0$  — единичные векторы, характеризующие, соответственно, направления рассеянного и падающего лучей, получим уравнение для разности фаз:

$$\Phi = \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}_k. \quad (2.9)$$



Теперь уравнение (2.7) можно записать в виде

$$E_A = E_{El} \sum_{k=1}^Z \exp(i \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}_k). \quad (2.10)$$

Рис. 2.3. К выводу уравнения рассеяния рентгеновских лучей отдельным атомом

Длина вектора  $\vec{S}$ , как видно из рис. 2.3, определяется углом рассеяния  $\vec{s} \cdot \vec{s}_0$ . Обозначив



этот угол через  $2\theta$ , получим  $|S| = 2 \sin \theta$ , поскольку  $|\vec{s}_0| = |\vec{s}| = 1$ .

Очевидно, что рассеяние РЛ атомом зависит от распределения электронов в атоме. Из квантовой механики известно, что каждый из электронов атома характеризуется своей функцией распределения —  $\rho(xyz)$ , которая определяет плотность образованного этим электроном электронного облака в данной точке пространства. Общая плотность электронов в единице объема вокруг ядра атома

$$\rho(xyz) = \sum_{k=1}^Z \rho_k(xyz). \quad (2.11)$$

Каждый элемент объема вокруг ядра атома рассеивает рентгеновские лучи пропорционально  $\rho(xyz)$ . Рассеяние элементом объема  $dV$  можно записать в таком виде:

$$\rho(r)dV \exp(i \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}), \quad (2.12)$$

где  $\vec{r}$  — радиус-вектор, характеризующий теперь элемент объема. Интегрируя последнее выражение по всему объему, занятому электронным облаком вокруг ядра атома, получаем рассеяние всеми  $Z$  электронами атома:

$$\int_V \rho(r) \exp(i \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}) dV. \quad (2.13)$$

Теперь уравнение (2.10) можно записать в хорошо известной форме:

$$E_A = E_{El} \int_V \rho(r) \exp(i \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}) dV. \quad (2.14)$$

Интеграл  $\int_V \rho(r) \exp(i \frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}) dV = f$  дает относительное значение одновременного рассеяния рентгеновских лучей всеми электронами атома, отнесенного к одному электрону:

$$\frac{E_A}{E_{El}} = f, \quad (2.15)$$

которое называется фактором атомного рассеяния, или просто атомным формфактором. Атомный фактор является функцией вектора  $\vec{S}$  и поэтому зависит от аргумента  $\frac{\sin \vartheta}{\lambda}$ . Основные ра-

боты по расчету и экспериментальному определению атомных факторов будут приведены в следующем параграфе.

До сих пор при расчете интенсивности рассеяния одним электроном мы полагали электрон свободным, однако в атоме электроны связаны. Уравнение движения связанного электрона под действием падающего излучения, как известно, выражается через смещение  $x$ :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + k \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = \frac{eE_0}{m} \exp i\omega t, \quad (2.16)$$

где  $\omega_0$  — собственная частота колебаний электрона;  $k$  — коэффициент затухания. Решение этого уравнения можно записать в виде

$$M = ex = \frac{e^2}{m} \frac{E_0 \exp i\omega t}{\omega_0^2 - \omega^2 + ik\omega}, \quad (2.17)$$

где  $M$  — момент диполя, ось которого параллельна направлению электрического вектора  $E_0$  в падающей волне.

Этот колеблющийся диполь дает по-прежнему сферическую электромагнитную волну, амплитуда которой

$$A_{ne} = -\frac{exP}{c^2 R} = \frac{e^2 E_0 P}{mc^2 R} \frac{\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 + ik\omega}, \quad (2.18)$$

где  $P$  — коэффициент поляризации.

Напомним, что для свободного электрона

$$A_e = -\frac{e^2 E_0 P}{mc^2 R}.$$

Отсюда резонансный (зависящий от частоты) множитель

$$\frac{A_{ne}}{A_e} = \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_0^2 - ik\omega}. \quad (2.19)$$

Если атом многоэлектронный, то амплитуда рассеянной волны равна сумме амплитуд волн, рассеянных всеми электронами атома, и при рассмотрении в направлении первичного пучка получим

$$f = \frac{A_A}{A_{El}} = \frac{\sum_n A_{ne}}{A_{El}} = \sum_n f_n = \sum_n \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_0^2 - ik\omega} = f_0 + \Delta f' + i\Delta f'', \quad (2.20)$$

где  $f_0$  – атомный фактор, рассчитанный без учета сил связи электронов с ядром, а  $\Delta f'$ ,  $\Delta f''$  — поправки, возникающие вследствие аномальной дисперсии излучения вблизи частоты  $\omega_0$ .

Атомный формфактор в виде (2.20) впервые был введен Г. Хёнлем. Краткий подход к вычислению дисперсионных поправок дан в следующем параграфе.

Периодическое расположение атомов в пространственной решетке кристалла обуславливает, как известно, существование определенных закономерностей в угловой локализации дифракционных максимумов. Каждый дифракционный максимум от сложной решетки характеризуется еще и интенсивностью, которая зависит от соотношения фаз лучей, рассеянных в определенных направлениях разными атомами. Поскольку весь кристалл представляет собой закономерное повторение в пространстве его элементарной ячейки (обладает трансляционной симметрией), то для вычисления интенсивности лучей, дифрагированных в данном направлении кристаллом со сложной решеткой, необходимо в первую очередь учесть зависимость интенсивности от расположения атомов в элементарной ячейке.

Суммарная амплитуда лучей, рассеянных в данном направлении всеми атомами ячейки  $\sum E_A$ , отнесенная к амплитуде луча,

рассеянного при этих же условиях одним электроном, называется структурной амплитудой:

$$F_{hkl} = \sum_n \frac{E_{An}}{E_{El}}. \quad (2.21)$$

При таком определении структурная амплитуда включает в себя также и функцию атомного рассеяния. Принимая в первом приближении, что в элементарной ячейке находятся не атомы, а условные центры рассеяния, каждый из которых эквивалентен одному электрону, для функции атомного рассеяния примем значение, равное единице. Амплитуда лучей, рассеянных такой элементарной ячейкой, запишется в виде

$$F_{hkl} = \int_V \rho(xyz) \exp i\left(\frac{2\pi}{\lambda} \vec{S} \cdot \vec{r}\right) dV, \quad (2.22)$$

где  $dV$  — элемент рассеивающего объема с амплитудой, пропорциональной числу электронов  $\rho(xyz)dV$ , а  $r$  — расстояние элемента объема к началу координат, т.е. узла с координатами [7].

Вектор  $\vec{S}$  для элементарной ячейки представляет собой вектор обратной решетки  $\lambda \vec{H}_{hkl}$ . Что касается векторов  $\vec{r}$ , то для элементарной ячейки это будут радиус-векторы атомов базиса. Элементарная ячейка в каждом элементе объема содержит атом базиса, характеризующийся этим радиус-вектором. Поэтому электронную плотность элементарной ячейки  $\int_V \rho(xyz) dv$

можно рассматривать как сумму атомных функций:

$$\int_V \rho(xyz) dv = \sum_n f_n. \quad (2.23)$$

На основании (2.23) и (2.20) можно записать известное выражение для структурной амплитуды в таком виде:

$$F_{hkl} = \sum_n f_n \exp 2\pi i(\vec{H}_{hkl} \cdot \vec{r}_n) = \sum_n f_n \exp 2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n). \quad (2.24)$$

В общем случае структурная амплитуда — комплексная величина. Из эксперимента определяется только значение интенсивности дифрагированных лучей. Поскольку интенсивность пропорциональна квадрату амплитуды, то, как известно, можно определить лишь модуль структурной амплитуды (фазовая проблема).

## **2.2. Методы расчета и экспериментального определения атомных форм-факторов и дисперсионных поправок**

Существующие методы расчета  $f$  можно свести к следующим:

а) метод самосогласованного поля с учетом и без учета обмена [8, 9];

б) приближенные методы, такие как, например, метод Паулинга — Шермана, в котором атомные волновые функции считаются водородоподобными с соответствующими значениями эффективного заряда ядра [10, 11];

в) метод Томаса — Ферми, в котором электронная оболочка рассматривается как вырожденный электронный газ [12, 13].

Наиболее точными значениями амплитуд атомного рассеяния, до настоящего времени считаются результаты, вычисленные по методу Хартри — Фока. При использовании этого метода каждый электрон рассматривается как движущийся в самосогласованном поле, создаваемом ядром со всеми остальными электронами, причем учитывается также обменное взаимодействие электронов в атоме. Значения функций атомного рассеяния по Хартри — Фоку для монокристаллов кремния и германия были вычислены в [14]. В работе [15] приведены таблицы атомных амплитуд, вычисленных на основе релятивистских волновых функций. Однако эти расчеты выполнены в приближении свободного атома, в то время как электронная плотность атомов в кристаллах и, прежде всего, валентные электроны, перераспределяются в результате взаимодействия с ближайшими соседями.

Несмотря на большое число работ, посвященных точному учету указанного влияния на интенсивность рассеяния рентгеновских лучей и нейтронов, задача эта не получила удовлетворительного решения. Наибольшие трудности связаны с необходимостью использования некоторой исходной модели распределения электронной плотности валентных электронов, весьма надежного и прецизионного учета теплового движения и, наконец, дисперсионных поправок.

Наряду с приведенными работами весьма надежные и точные измерения атомных амплитуд рассеяния кристаллами кремния в последние десятилетия были выполнены в работе [16] с помощью упоминавшегося в предисловии прецизионного метода маятниковых полос. Отметим, что измерения  $f$  для некоторых отражений были выполнены и в других работах с использованием того же метода и ряда других подходов: измерений интерференционных полос в интерферометре, интенсивностей рассеяния порошкообразным образом, дифракционных параметров кривых отражений, полученных от слабо расходящейся монохроматизированной падающей волны.

Измерения атомных амплитуд рассеяния для германия (отражения 111 и 222) были выполнены также рядом авторов [17, 18]. В ряде работ, в частности в работе Фуджимото [19, 20], получены экспериментальные значения функций атомного рассеяния для запрещенного отражения 222 в кремнии, которое реализуется с учетом влияния ковалентных электронных мостиков в решетке алмаза.

Не менее интересными являются и результаты экспериментального определения функций атомного рассеяния для сложных бинарных кристаллов. Первой попыткой определения функции атомного рассеяния расчетным путем для бинарного кристалла в области аномального рассеяния можно считать работу [21]. Наиболее полные измерения атомных амплитуд для арсенида галлия с использованием нескольких десятков отражений были выполнены в [22]. В отличие от известных ранее работ, данные результаты характерны наличием большого чис-

ла рефлексов, измеренных с точностью порядка 0,89%, а также учетом индивидуальных гармонических и ангармонических температурных факторов для каждого из атомов. Исследованиям этого соединения посвящены и работы [23, 24]. Однако все эти измерения были выполнены для длин волн, далеких от областей аномального рассеяния РЛ. Интересные попытки исследовать область аномальной дисперсии с помощью энергодисперсивной дифрактометрии были предприняты группой японских исследователей [25—27].

Обращаясь к оценкам ошибок, возникающих при расчетах величин атомного рассеяния, заметим, что для дисперсионных поправок сделать это весьма трудно.

Для значений частот излучения, немного отличающихся от частот, соответствующих К-краям поглощения рассеивающих атомов, функция атомного рассеяния может существенно зависеть от частоты. Действительно, существует аномальное рассеяние, тесно связанное с аномальной дисперсией излучения в рассеивающем веществе. Поэтому даже для частот, значительно отличающихся от частоты собственного поглощения, нельзя полностью пренебрегать эффектом дисперсии. Здесь следует подчеркнуть, что если определить  $f$ , как это сделано выше, то рассеянная волна противоположна по фазе падающей первичной волне, когда функция рассеяния положительна. Если  $\omega \ll \omega_s$ , то  $f$  — отрицательна, и тогда фаза волны, рассеянной диполем, совпадает с фазой первичной волны, а амплитуда пропорциональна квадрату частоты падающей волны.

Квантовую теорию дисперсии разработал Г. Хёнль [28], который исходил из выражения для показателя преломления, но использовавший формулу силы осциллятора  $g(\omega)$ , с учетом экранирования данного уровня наружными электронами.

В основе расчета дисперсионных поправок лежат полуклассические представления Д.Т. Кромера [29] о рассеивающем атоме как о совокупности осцилляторов. Числу и силе осцилляторов  $g_s$

с данной собственной частотой  $\omega_s$  в квантовой теории отвечают вероятности переходов. Согласно [28] можем записать

$$\Delta f = \sum_s \int_{\omega_s}^{\infty} \frac{\omega^2 (dg/d\omega)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega, \quad (2.25)$$

где  $dg/d\omega$  — плотность осцилляторов, а  $\omega_i$  — частота падающего излучения. Основной трудностью при таком расчете является определение сил осцилляторов  $g_s$ , которые связаны с коэффициентом поглощения  $\mu$

$$g_s = \frac{mc}{2\pi^2 e^2} \frac{\omega_s}{n-1} \mu(\omega_s). \quad (2.26)$$

Запишем известную формулу теории рассеяния РЛ, связывающую показатель преломления с функцией атомного рассеяния  $f$ :

$$n = 1 - \frac{N\lambda^2}{2\pi} \frac{e^2}{mc^2} f. \quad (2.27)$$

Учитывая (2.18), а также то, что атомный формфактор является комплексной величиной  $f = f' + if''$ , записываем  $n = 1 - \alpha - i\beta$ , где действительная его часть  $\alpha = 2\pi Ne^2 f' / m\omega^2$ , а мнимая  $\beta = 2\pi Ne^2 f'' / m\omega^2$ . Тогда линейный коэффициент поглощения  $\mu_0$  для длин волн с частотой  $\omega_s$  будет определяться как

$$\mu_0 = \frac{4\pi Ne^2}{m\omega c} f''. \quad (2.28)$$

Из (2.19) можно также записать выражения для  $f'$  и  $f''$ :

$$f' = \frac{\omega^2 (\omega^2 - \omega_s^2)}{(\omega^2 - \omega_s^2)^2 + k^2 \omega^2}, \quad f'' = \frac{k\omega^3}{(\omega^2 - \omega_s^2)^2 + k^2 \omega^2}. \quad (2.29)$$



Согласно (2.29)  $f''$  — всегда положительна, поэтому коэффициент мнимой части  $f$  всегда означает компоненту рассеяния диполем, фаза которого отстает на  $\pi/2$  от первичной волны. Если диполи расположены в каком-нибудь тонком слое, параллельно фронту первичной волны, то они создают результирующую волну, отстающую по фазе от волн, рассеянных в этом слое индивидуальными диполями. Если фаза последних (диполей), отстает от первичной волны на  $\pi/2$ , то результирующая волна будет запаздывать на  $\pi$ , иными словами, будет, противоположна по фазе падающей волне. Влияние мнимой части заключается в том, что к результирующей рассеянной волне прибавляется компонента, фаза которой в каждой точке среды противоположна фазе первичной волны. Поэтому получается прогрессирующее уменьшение амплитуды проходящей волны, или, иными словами, поглощение.

Допустим, что  $(dg/d\omega)$  есть число воображаемых осцилляторов с частотами, лежащими в пределах от  $\omega$  до  $\omega + \Delta\omega$ , т.е. будем говорить о плотности осцилляторов с частотой  $\omega$ . Для  $K$ -электронов нижний предел плотности будет у  $\omega = \omega_K$ , и для непрерывного ряда энергетических состояний полная сила осциллятора, связанного с  $K$ -электронами

$$g_K = \int_{\omega}^{\infty} \left(\frac{dg}{d\omega}\right)_K d\omega. \quad (2.30)$$

Как правило, значение этого интеграла значительно меньше двух, т.е. меньше полного числа  $K$ -электронов. Это представление можно применить и к  $L$ -электронам. Благодаря запрещенным переходам от  $L$  к  $K$  сила  $L$ -осциллятора алгебраически настолько больше их нормальной силы, насколько сила  $K$ -осцилляторов меньше их нормальной силы вследствие запрещенности переходов от  $K$  к  $L$ . Распространяя это утверждение на весь атом, получаем, что сила осцилляторов для всего атома

все-таки равна числу его электронов. Поэтому для полной действительной части можно записать

$$f' = Z + \sum_K \int_{\omega_K}^{\infty} \frac{\omega^2 (dg / d\omega)_K}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega. \quad (2.31)$$

Эта формула справедлива для всех длин волн, превышающих размеры атома (отсутствуют релятивистские эффекты), и с хорошим приближением может быть использована при замене  $Z$  значением  $f_0$ , т.е. через функцию рассеяния для частот, больших их резонансного значения.

Поскольку распределение осцилляторов и изменение фотоэлектрического поглощения подчиняется одному закону, следовательно, плотность осцилляторов можно определить эмпирически на основании экспериментальных значений коэффициента поглощения.

Для длин волн, далеких от краев поглощения атомов, при расчете функций атомного рассеяния можно отбросить все члены в (2.20), кроме первого [30]. Однако их значения могут быть существенными для частот, близких к краям поглощения. Проблема вычисления дисперсионных поправок к функциям атомного рассеяния  $\Delta f'$  и  $\Delta f''$  является достаточно сложной, особенно для бинарных кристаллов. Наиболее точным методом вычисления действительной части поправок является нахождение их через экспериментально измеренные значения коэффициентов фотоэлектрического поглощения. Известно [28], что между линейным коэффициентом поглощения и мнимой частью электронной поляризуемости существует соотношение

$$\mu(\omega) = (2\omega / c) \text{Im}(n) = 4\pi(c / \omega) N r_0 \Delta f'', \quad (2.32)$$

где  $\mu(\omega)$  и  $\Delta f''$  — соответственно значения нормального коэффициента поглощения и мнимой части,  $r_0 = e^2 / mc^2$ .

Флуктуации коэффициента поглощения с коротковолновой стороны от главного края (так называемая тонкая структура края поглощения EXAFS) наблюдаются на расстоянии до 400 эВ. Теория явления EXAFS основана на представлении полусвободных электронов и теории зон. Эта теория может быть названа теорией дальнего порядка, так как она учитывает влияние периодического поля решетки на возможные кинетические энергии фотоэлектронов, вырывааемых из атомов рентгеновскими лучами в процессе поглощения. Поэтому поскольку, как отмечалось выше, расчет дисперсионных поправок проводится из экспериментальных значений коэффициентов

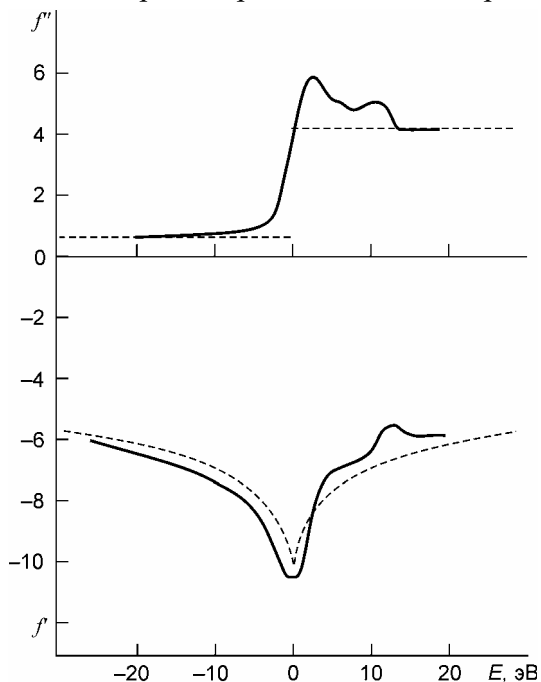


Рис. 2.4. Расчетные значения дисперсионных поправок для К-края Ga в GaAs: сплошные кривые — расчет согласно [31], штриховые кривые — согласно Г. Хёнлю [33]

поглощения, то учет этой тонкой структуры просто необходим. Это и было сделано в работах [25—27]. Здесь мы приводим некоторые теоретические выкладки, применяемые при расчете дисперсионных поправок вблизи К-краев поглощения. В этой области длин волн этот учет необходим, поскольку экспериментально наблюдаются значительные расхождения с данными, полученными из формул Хёнля [28] (рис. 2.4).

Аномальные поправки к фактору рассеяния можно представить согласно [31] как

$$f' = \sum_n f'_n \text{ и } f'' = \sum_n f''_n,$$

где

$$f'_n(\omega) = -\frac{1}{2} \int_0^{\infty} \omega_{in} \left( \frac{dg}{d\omega} \right)_{in} \left[ \frac{\omega_{in} - \omega}{(\omega_{in} - \omega)^2 + \Gamma_{in}^2 / 4} + \frac{\omega_{in} + \omega}{(\omega_{in} + \omega)^2 + \Gamma_{in}^2 / 4} \right] d\omega_{in}, \quad (2.33)$$

$$f''_n(\omega) = -\frac{1}{2} \int_0^{\infty} \omega_{in} \left( \frac{dg}{d\omega} \right)_{in} \frac{\Gamma_{in} / 2}{(\omega_{in} - \omega) + \Gamma_{in}^2 / 4} d\omega_{in}, \quad (2.34)$$

а  $dg/d\omega$  — плотность осциллятора;  $\omega_{in}$  — частота, отвечающая энергии перехода из основного  $n$  к  $i$ -му состоянию,  $\Gamma_{in}$  — спектральная ширина промежуточного состояния.

Значения  $dg/d\omega$  могут изменяться значительно медленнее по сравнению с функцией Лоренца. Тогда плотность осциллятора можно представить как  $(dg/d\omega)_n \approx (2/\pi\omega) f''_n(\omega)$ . Однако поскольку значения  $dg/d\omega$  в области К-краев поглощения изменяется быстрее, чем функция Лоренца, то тонкая структура зависит не только от плотности валентных электронов, но и от силы осциллятора  $g$ . Поэтому плотность осциллятора запишется, как  $\frac{dg}{d\omega} = \frac{2}{\pi\omega} [f''_n(\omega)]_{\Gamma_{in} \rightarrow 0}$ . Если подставить это значение в (2.34), то можно получить соотношение

$$f''_n(\omega) = -\frac{1}{\pi} \int_0^{\infty} [f''_n(\omega_{in})]_{\Gamma_{in} \rightarrow 0} \frac{\Gamma_{in} / 2}{(\omega_{in} - \omega) + \Gamma_{in}^2 / 4} d\omega_{in}. \quad (2.35)$$

Таким образом, поскольку значение  $(dg/d\omega)_n$  может быть получено сверткой  $f''_n(\omega)$  с функцией Лоренца за исключением численного множителя. Распределение осцилляторов и изменение коэффициента поглощения, в зависимости от частоты которых, описывается одним и тем же законом. Отсюда следует, что плотность осцилляторов можно определять эмпирически на основании экспериментальных значений коэффициента фото-

электрического поглощения. В данных расчетах значения  $\Gamma_{in}$  можно аппроксимировать классическим демпфирующим фактором возле К-края поглощения [31, 32]. При этом  $\{f_n''(\omega)\}_{\Gamma_{in} \rightarrow 0}$  можно представить эмпирической формулой

$$\{f_n''(\omega)\}_{\Gamma_{in} \rightarrow 0} = \begin{cases} \frac{\pi}{2} \left(\frac{\omega_n}{\omega}\right)^{q_n-1} (q_n - 1) g_n & \text{при } \omega > \omega_n, \\ 0 & \text{при } \omega < \omega_n, \end{cases} \quad (2.36)$$

$$\{f_n''(\omega)\}_{\Gamma_{in} \rightarrow 0} = 0 \quad \text{при} \quad \omega < \omega_n,$$

где  $g$  — сила осциллятора с частотой  $\omega_n$ . Значения параметров  $g$  и  $q_n$  могут быть взяты из работы [30]. Учитывая эти допущения, выражение для действительной части поправок к функции атомного рассеяния запишется в виде

$$f_n'(\omega) = -\frac{1}{\pi} \int_0^{\infty} \{f_n''(\omega_{in})\}_{\Gamma_{in} \rightarrow 0} \left[ \frac{\omega_{in} - \omega}{(\omega_{in} - \omega)^2 + \Gamma_{in}^2 / 4} + \frac{\omega_{in} + \omega}{(\omega_{in} + \omega)^2 + \Gamma_{in}^2 / 4} \right] d\omega_{in}. \quad (2.37)$$

Формулы (2.36) и (2.37) использовались нами в последующих главах для расчета дисперсионных поправок.

Учитывая сказанное выше, рассмотрим, как меняется функция атомного рассеяния в зависимости от частоты падающего излучения в многоатомном веществе. На рис. 2.5 приведены частотные зависимости значений действительных поправок для бинарного кристалла с атомами первого (кривая 1) и второго (кривая 2) сорта. Для очень больших частот по сравнению с частотой К-края поглощения, значения обеих поправок стремятся к нулю. Наоборот, для частот меньших, чем край поглощения, значение действительной части поправки стремится к  $-g_K$ . Значит для частот, много меньших частоты К-края поглощения, функцию  $f_0$  необходимо уменьшить на величину си-

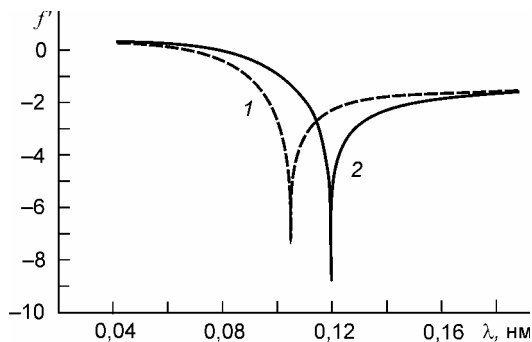


Рис. 2.5. Энергетическая зависимость дисперсионных поправок для атомов As (1) и атомов Ga (2) в кристалле GaAs.

лы осциллятора К-оболочки. До сих пор все вычисления дипольных членов основывались на предположении, что длину волны падающего излучения можно считать очень большой по сравнению с размерами рассматриваемой электронной оболочки. Чтобы закончить теоретическое рассмотрение

дисперсии, необходимо проанализировать, какие ошибки вносит такое предположение. Этой проблемой занимался Г. Хёнль [33]. Им было показано, что ошибка, которая вносится при условии пренебрежения квадрупольными множителями в формулах для силы осцилляторов, а значит, и в функцию атомного рассеяния, будет значительно меньше, чем ошибки теоретического или экспериментального определения этих величин.

Для улучшения точности расчетов значений поправок к функции атомного рассеяния должны быть учтены следующие два момента. Один из них — это влияние неупругого рассеяния (термодиффузное и комптоновское рассеяние) на линейный коэффициент поглощения. Этот эффект приводит к ошибке в определении  $f'(\omega)$  посредством  $f''(\omega)$  при использовании дисперсионных соотношений. Другим моментом рассогласования значений теории и эксперимента является влияние тепловых колебаний, вклад которых может превышать точность определения фактора атомного рассеяния.

Использование двукристалльного спектрометра (ДКС) позволяет при Брэгг-дифракции определить действительную и мнимую части аномальных поправок к функции атомного рас-

сеяния. Методика, описанная в [34], позволяет корректно исключить влияние комптоновского и теплового рассеяния и получить значения реальной части дисперсионной поправки. Определение реальной части поправок из значений нормального коэффициента поглощения оказывается очень непростой задачей, особенно вблизи К-краев поглощения, вследствие наличия ближней тонкой структуры края (XANES) поглощения в области края и протяженной тонкой структуры — (EXAFS). Использование синхротронного излучения стимулировало исследования EXAFS и поглощения возле К-краев, потому что высокая мощность этих источников позволила проводить измерения очень близко к краям поглощения, несмотря на большие значения коэффициентов поглощения. Эта методика позволила целому ряду исследователей [35, 36] определить дисперсионные поправки, используя EXAFS -технику. Влияние тонкой структуры поглощения особенно сильно ощущается в коротковолновой области — на расстоянии порядка 100 эВ к К-краям поглощения. В случае же интерпретации данных для длинноволновой области К-краев поглощения можно успешно использовать расчеты Хёня для дисперсионных поправок.

Еще одним экспериментальным методом определения дисперсионных поправок является применение отношения Фриделя для пар интенсивностей нецентросимметричных отражений. Это соотношение содержит обе дисперсионные поправки и показывает, что фаза для мнимой части нормальной структуры противоположна по знаку обратной структуре. На рис. 2.6 приведены фриделевские пары для амплитуд рассеяния и фаз. В этом случае имеем

$$F_{hkl} = |F_{hkl}| \cdot \exp(i\alpha_{hkl}), \quad (2.38)$$

где  $\alpha_{hkl}$  — фазовый угол. Из рис. 2.7 следует, что

$$F_{hkl} \neq F_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}}, \quad \alpha_{hkl} \neq -\alpha_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}}.$$

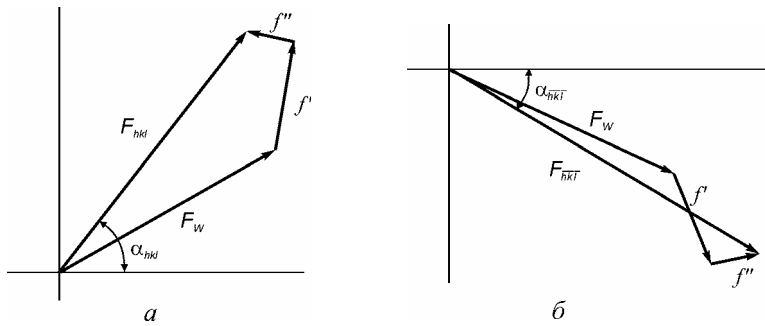


Рис. 2.6. Амплитуды рассеяния  $F_{hkl}, F_{\bar{hkl}}$  и фазы  $\alpha$  для фриделевской пары:  $a$  —  $F_{hkl}$ ,  $b$  —  $F_{\bar{hkl}}$  [34], где  $F_w$  — структурный фактор в отсутствие дисперсии

В частности, в работе [37], с использованием этой методики было проведено экспериментальное определение аномальных факторов рассеяния для атомов Ga в соединении GaAs вблизи К-краев поглощения.

Очень точным методом измерения дисперсионных поправок, особенно их действительных частей, является рентгеновская интерферометрия, основой которой является динамическая теория. Впервые эта методика была предложена У. Бонзе и М. Хартом [38, 39]. Сущность такой методики состоит в измерениях показателя преломления по фазовому сдвигу интерференционной картины в случае (б) по сравнению с (а) с использованием так называемого *LLL*-интерферометра в положении дифракции Лауэ (см. рис. 2.7). Фазовый сдвиг непосредственно связан с показателем преломления  $n$ :

$$p = (n - n_a)t / \lambda, \quad (2.39)$$

где  $n_a$  — показатель преломления воздуха;  $t$  — толщина исследуемого образца.



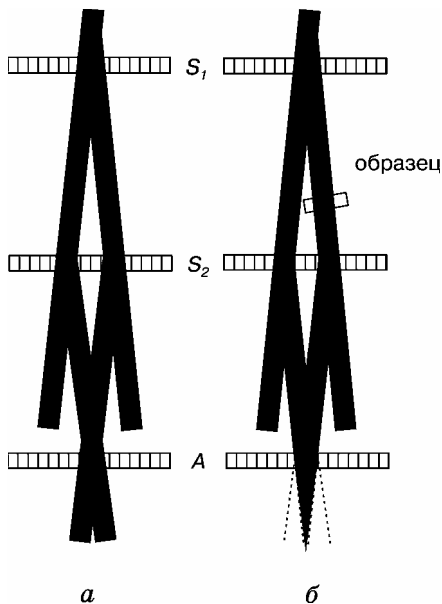


Рис. 2.7. Схема эксперимента с *LLL*-интерферометром [39] ( $S_1$  — кристалл-расщепитель,  $S_2$  — зеркало,  $A$  — анализатор):

( $a$  — прибор без образца и  $b$  — с образцом)

Все интерферометрические измерения показателей преломления связаны фазовым сдвигом полос, положения которых зависят от реальной части функции атомного рассеяния:

$$n = 1 - \frac{r_e \cdot \lambda^2}{2\pi} \sum_j N_j f_j^r. \quad (2.40)$$

Здесь  $N_j$  — число атомов типа  $j$  в единице объема:  $f_j^r$  — реальная часть функции атомного рассеяния в прямом направлении. Записывая значение вектора дифракции для прямого пучка, равное нулю, мы получаем:

$$\operatorname{Re} f_j = f_j(0) + f_j'(\omega, 0). \quad (2.41)$$

Для прямого пучка  $f_j(0)$  есть полное число электронов в атоме и, следовательно, имеем

$$\operatorname{Re} f_j = Z_j + f_j'(\omega, 0), \quad (2.42)$$

и маятниковый сдвиг для длины волны  $\lambda$  задается соотношением

$$p_\lambda = r_e \lambda t \sum_j \{Z_j + f_j'(\omega, 0)\} / 2\pi. \quad (2.43)$$

При использовании тормозного излучения детектор будет фиксировать длины волн гармоник, которые будут попадать на интерферометр одновременно с основной длиной волны. Эти гармоники будут давать разный фазовый сдвиг по отношению к

основной длине волны. Доминирующей гармоникой является  $\lambda/2$ , и для нее запишем

$$p_{\lambda/2} = \frac{1}{2} r_e \lambda t \sum_j N_j \{Z_j + f'_j(\omega, 0)\} / 2\pi. \quad (2.44)$$

Отношение этих фазовых сдвигов запишется как

$$P = p_\lambda / p_{\lambda/2} = 2 \sum_j \{Z_j + f'_j(\omega, 0)\} / \sum_j \{Z_j + f'_j(2\omega, 0)\}. \quad (2.45)$$

Особенностью метода, основанного на этом соотношении, является тот факт, что это соотношение не содержит такого важного параметра как толщина кристалла. Исследования показывают, что такие измерения являются очень эффективными в области К-краев поглощения, где  $f'(\omega, 0)$  — существенная часть  $Z_j$ . И это упрощение может быть очень полезным, когда можно использовать теоретические значения  $f'(2\omega, 0)$  в (2.45). Как показано в [39], ошибка при этом допущении будет значительно меньшей, чем в случае экспериментального измерения толщины образцов.

Используя эту методику, авторы работы [40] получили данные с разрешением 2 эВ при точности измерений 2 % для интервала протяженностью 1000 эВ по обе стороны К-края поглощения.

Еще одним из надежных методов экспериментального определения дисперсионных поправок является измерение маятниковых осцилляций интенсивности. Впервые маятниковые осцилляции наблюдали экспериментально в совершенных кристаллах кремния [41]. Интенсивность волнового поля которое образуется в результате интерференции падающей и отраженной волн, связана с геометрическим структурным фактором, от которого зависит экстинкционная длина  $\Lambda_0$ :

$$I_{hkl} = A \pi^2 \Delta_0^{-2} \cos^2 \vartheta \{J_0(\pi/\Delta_0^{-1})\}^2, \quad (2.46)$$

где  $A$  — константа, а  $\Delta_0 = \lambda \cos \vartheta / P |\chi_{hkl}|$ .

Проводя точные измерения положений полос, можно получить весьма достоверные значения геометрического структурного фактора для большого числа рефлексов, из которых можно определить функцию атомного рассеяния.

Использованию этой методики посвящены и работы [42, 43]. В них показана возможность изучения дисперсии РЛ с достаточно высокой точностью без измерения интенсивностей рентгеновских отражений [42]. Зная угол клина и измеряя расстояние между полосами, можно определить абсолютные значения структурной амплитуды  $|F_H + \Delta F_H|$  и, таким образом, абсолютное значение дисперсионных поправок  $|\Delta F_H|$ . Однако в таких определениях необходимо учитывать влияние температуры, непостоянство геометрических параметров образца, степень совершенства кристалла и т.д., что значительно усложняет задачу и понижает возможную точность. Поэтому в работе [43] проводилось определение не абсолютных значений структурных амплитуд, а их зависимость от длины волны падающего излучения. Для длин волн  $\lambda \leq \lambda_K$   $\Delta F_H \approx 0$  и период маятниковых полос  $\Lambda_0$  может быть выбран в качестве относительного эталона. Используя соотношение  $\Lambda_0 / \Lambda$  для различных длин волн, получаем

$$\frac{\Lambda_0}{\Lambda} = \frac{\cos \theta_0}{\cos \theta} \frac{P}{P_0} \frac{\lambda}{\lambda_0} \frac{|F_H + \Delta F_H|}{F_{H0}} = A \frac{P \cdot \lambda}{\cos \theta} |F_H + \Delta F_H|, \quad (2.47)$$

Здесь  $A = \frac{\cos \theta_0}{P_0 \lambda_0 |F_{H0}|}$ .

Таким образом, соотношение (2.47) позволяет получить значение  $|F_H + \Delta F_H|$  для различных длин волн, включая область К-края поглощения в относительных единицах, что исключает необходимость учета влияния различных факторов на определение структурных амплитуд.

### 2.3. Влияние мнимой компоненты функции атомного рассеяния на фазу рассеянной волны

Как видно из (2.36), значение мнимой части функции атомного рассеяния значительно отличается от нуля при  $\omega > \omega_n$  и представляет собой слагаемую излучения, рассеянного атомом, с фазой, отстающей от фазы первичной волны на  $\pi/2$ . Эта составляющая медленно приближается к нулю при значительном увеличении частоты излучения.

В длинноволновой же области К-края поглощения, наоборот, рассеянная волна будет отставать по фазе на  $\pi$ , если результирующая функция атомного рассеяния для атома является положительной величиной и без учета влияния поглощения и наличия других краев поглощения, вклад которых небольшой. Для больших значений  $\sin \vartheta/\lambda$  влияние мнимой компоненты в моноатомном кристалле (в бинарных кристаллах это может не выполняться) гораздо больше, потому что функция атомного рассеяния электронов других групп уменьшается очень значительно. Фаза рассеянной волны (для одного атома) отстает от фазы первичной волны на величину  $\pi - \varphi$ , где  $\operatorname{tg} \varphi = \Delta f'' / (f_0 + \Delta f')$ .

Изменение фазы при различных значениях  $\sin \vartheta/\lambda$  в зависимости от длины волны вблизи К-края поглощения атомов Ga и As приведено на рис. 2.8 для GaAs, который наглядно демонстрирует сказанное выше. Видно, что вблизи краев поглощения, когда частота падающего излучения становится близкой к собственной частоте колебаний, функция атомного рассеяния и фаза рассеянной волны резко меняют свои значения. Сказанное справедливо даже для слабо поглощающего атома вблизи К-края поглощения. Наличие же сильного поглощения приводит к дополнительному сдвигу фазы рассеянной волны. Еще более интересные эффекты появляются при использовании бинарных кристаллов. Изучению этих эффектов посвящены работы

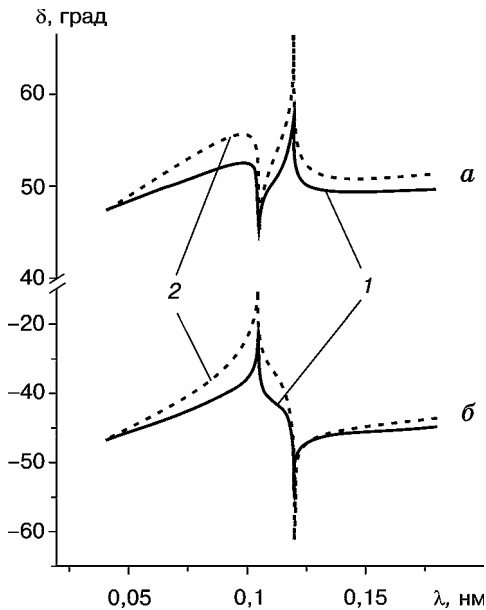


Рис.2.8. Зависимость изменения фазы структурного фактора вблизи К-краев поглощения GaAs от порядка отражения: а — рефлекс  $hkl$  (1 —  $111$ , 2 —  $333$ ); б — рефлекс  $\overline{hkl}$  (1 —  $\overline{111}$ , 2 —  $\overline{333}$ ) [46]

тех, которые определяются положениями атомов в ячейке.

Если считать, что  $f$  — комплексная функция, то выражение для структурного фактора является общим и включает в себя любые изменения фазы. Для длин волн, далеких от краев поглощения, изменение фазы при рассеянии принимается одинаковым для всех атомов ячейки. В этом случае структурный множитель зависит только от положений атомов. При этом остается в силе и предположение, что  $F(hkl) = |F(\overline{hkl})|$ . Это соотношение называется законом Фриделя. Однако это утверждение неверно, если разные атомы в решетке рассеивают рентгенов-

[44, 45]. Знание фазы рассеянной волны позволяет определить значение структурного фактора, обеспечивая получение более полной информации о структуре кристалла.

Пока речь идет о решетке, состоящей из одинаковых атомов, вопрос о возможном изменении фазы при рассеянии не имеет особого значения. Это изменение может влиять на фазу результирующей волны, но не на интенсивность. Однако положение меняется, пока элементарная ячейка состоит из атомов различных сортов. Для разных атомов изменение фазы при рассеянии может быть различным, что вносит в структурный множитель разности фаз, отличающиеся от

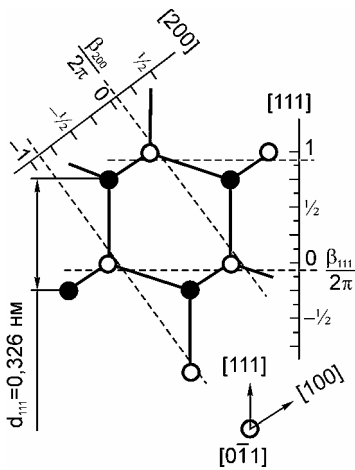


Рис. 2.9. Структура GaAs (○ — Ga, ● — As в плоскости (011); Штриховыми линиями обозначены плоскости, состоящие из атомов Ga [46])

ские лучи с разными изменениями фазы, например в структуре типа цинковой обманки, для направления 111. Схематически структура GaAs показана на рис. 2.9. Положим теперь, что при рассеянии на атомах Ga или As получаются, соответственно, изменения фаз  $\delta_1$  и  $\delta_2$ . Когда отражение происходит с одной из сторон данных плоскостей, разность фаз между лучами, рассеянными плоскостями атомов Ga и As будет равна  $\delta + \delta_1 - \delta_2$ , где  $\delta$  — разность фаз, соответствующая расстоянию между плоскостями Ga и As. В отличие от этого, разность фаз между лучами с противоположной стороны тех же плоскостей будет равна  $\delta + \delta_2 - \delta_1$ .

Указанные разности не равны между собой, если только  $\delta_1$  не равно  $\delta_2$ , в противном случае обе разности становятся равными  $\delta$ .

Структурный фазовый множитель для рефлексов  $F(111)$ ,  $F(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $F(200)$  и  $F(\bar{2}00)$  в бинарном кристалле может быть представлен как

$$\beta_{\pm(111)} = \mp tg^{-1} \frac{(f_{As}^0 + f'_{As} \mp f''_{Ga})}{(f_{Ga}^0 + f'_{Ga} \pm f''_{As})}, \quad (2.48)$$

$$\beta_{\pm(200)} = tg^{-1} \frac{(f''_{Ga} - f''_{As})}{(f_{Ga}^0 + f'_{Ga} - f_{As}^0 - f'_{As})}.$$

Выше мы рассмотрели зависимость фазы рассеянной волны от дисперсионных поправок для атомов кристалла GaAs и их положений в отражающих плоскостях. Рассмотрим теперь случай поглощающего кристалла Ge. Для него мы получим

$$\beta_{\pm(111)} = \mp tg^{-1} \frac{(f_{Ge}^0 + f'_{Ge} \mp f''_{Ge})}{(f_{Ge}^0 + f'_{Ge} \pm f''_{Ge})} \quad (2.49)$$

Для случая, прозрачного кристалла германия,  $f''_{Ge} = 0$  получим  $\beta_{\pm(111)} = \mp \frac{\pi}{4}$ . Фаза структурного фактора для Ge зависит от выбора координат. В случае когда начало координат, будет выбрано посередине связи Ge-Ge, фаза будет равна 0. Введем теперь параметр поглощения  $f''_{Ge}$ . Изменения в структурном факторе, вызванные этой процедурой, изображены на рис. 2.10 [46]. Близость К-края поглощения приводит к изменению фазы за счет

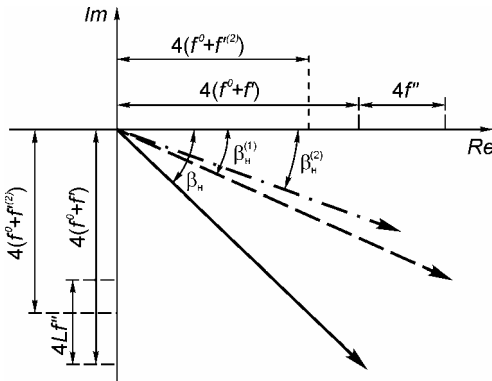


Рис.2.10. Вариации фазы структурного фактора  $F(111)$  Ge при изменении параметра аномальной дисперсии в комплексной плоскости: сплошная линия —  $\beta_H$  формула (2.49), без поглощения; штриховая линия —  $\beta_H^{(1)}$  с поглощением ( $f''_{Ge} \neq 0$ ); штрихпунктирная линия —  $\beta_H^{(2)}$  вблизи К-края, где  $f'_{Ge}^{(1)}$  меняется на  $f'_{Ge}^{(2)}$

изменения поправки к действительной части функции атомного рассеяния. Этот процесс изменения фазы является чисто упругим процессом и не зависит от геометрических условий.

Для рефлекса 200, который является квазизапрещенным, разность атомных формфакторов компо-

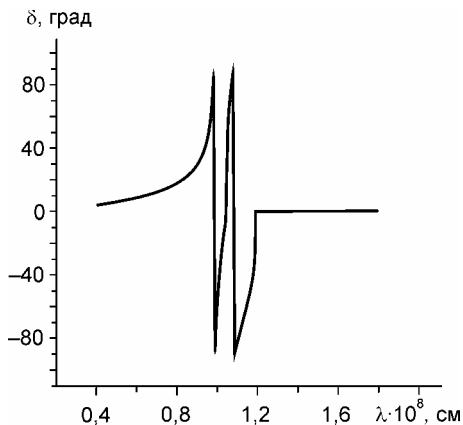


Рис.2.11. Энергетическая зависимость изменения фазы  $\delta$  вблизи К-краев поглощения атомами Ga и As в GaAs для отражения 200

нент в структурном факторе близка к нулю. Эта разность может быть существенно изменена вблизи краев поглощения Ga или As за счет изменения поправок к функции атомного рассеяния, приводя к кардинальным изменениям фазы. Этот процесс демонстрирует рис. 2.11. Фаза волнового поля в решетке существенно зависит от выбора источника излучения в решетке (системы координат). Если выбираем начало координат посередине связи Ge-Ge, то получим  $\beta_{111} = 0$ . Так, выбо-

ром начала координат можно получить различные значения структурного фактора, не изменяя относительного положения между атомными плоскостями и пучностями. Возникает вопрос, как будут расположены максимумы, и минимумы волновых полей относительно положения атомов в кристалле. Очевидно, для этого достаточно посчитать значения косинусов и синусов, входящих в выражения для амплитуд. Поскольку координаты атомов зависят от выбранного нами начала координат, то его надо выбирать так, чтобы не вводить комплексность в структурный фактор и удовлетворить знаку коэффициента поляризуемости в уравнениях для амплитуд волновых полей. Оба эти положения в соответствующих координатных системах определяют плоскости на половине расстояния Ge-Ge связи. Для германия фаза определяется чисто геометрическим происхождением. Введение параметра поглощения приводит к изменениям структурного фактора, показанного на рис. 2.10.



## 2.4. Комплексный характер динамических параметров рассеяния

Для диэлектрической постоянной среды, где второй в следующей формуле член описывает обратное влияние рассеяния на поле в среде, получаем

$$\varepsilon(r) = 1 + \frac{e\rho(r)}{\pi m v^2}. \quad (2.50)$$

Введем новую скалярную функцию решетки  $\chi$ :

$$\chi = 1 - \frac{1}{\varepsilon}. \quad (2.51)$$

Обозначая через  $N$  число электронов в единице объема и учитывая, что для  $\rho = \bar{\rho} = -|e|N$ , выражение для  $\varepsilon$  имеет вид

$$\varepsilon = 1 + \frac{e\rho}{\pi m v^2} = 1 - \frac{e^2 N \lambda^2}{\pi m c^2}. \quad (2.52).$$

Раскладывая (2.51) в ряд по степеням малой величины, получаем

$$\chi = \frac{e\rho}{\pi m v^2} - \left(\frac{e\rho}{\pi m v^2}\right)^2 + \dots \quad (2.53)$$

Поляризуемость  $\chi$ , являясь непрерывной трехмерно-периодической функцией координат, может быть, как известно [1,3,4], разложена в ряд Фурье:

$$\chi = \sum_m \chi_m \exp\left[-2\pi i(\vec{h}_m \vec{r})\right], \quad (2.54)$$

где  $\vec{h}_m$  — радиус-вектор обратной решетки.

Коэффициенты разложения в формуле (2.54) определяются по формулам

$$\chi_m = \Omega^{-1} \int \chi \exp\left[2\pi i(\vec{h}_m \vec{r})\right] d\tau, \quad \text{а} \quad \chi_0 = \Omega^{-1} \int \chi d\tau. \quad (2.55)$$

Индексы  $m$  могут принимать как положительные, так и отрицательные значения, причем коэффициенты поляризуемости  $\chi_m$  являются комплексно-сопряженными величинами, а  $\chi_0$  – среднее во всей решетке, является положительным значением. Из (2.54) следует, что коэффициенты поляризуемости  $\chi_m$  можно выразить через значения структурных амплитуд  $F_m$ . Очевидно также, что  $\chi_0 > \chi_m$ , поскольку рассеивающая способность атома падает с увеличением угла отклонения от направления первичного пучка, так как суммирование по элементарной ячейке для  $\chi_0$  всегда проводится при фазах, одинаковых для всех атомов.

В общем случае структурная амплитуда рассеяния имеет комплексный характер. Поэтому параметры рассеяния  $\chi$  могут быть представлены в виде

$$|\chi_h|^2 = |\chi_h'|^2 + i|\chi_h''|^2. \quad (2.56)$$

Кроме того, в силу расположения атомов в кристаллической решетке, каждая из компонент может быть комплексной:

$$|\chi_h'|^2 = |\chi_{rh}'|^2 + i|\chi_{ih}'|^2 \quad \text{и} \quad |\chi_h''|^2 = |\chi_{rh}''|^2 + i|\chi_{ih}''|^2, \quad (2.57)$$

$$\text{где } \chi_{rh}'' = -(2\pi K\Omega)^{-1} \sum_j \mu_{aj}^h \cos \varphi_j, \quad \chi_{ih}'' = -(2\pi K\Omega)^{-1} \sum_j \mu_{aj}^h \sin \varphi_j,$$

$$\chi_{rh}' = -\left(\frac{e^2}{mc^2} \frac{\lambda^2}{\pi\Omega}\right) \sum_j f_{rh} \cos \varphi_j, \quad \chi_{rh}'' = -\left(\frac{e^2}{mc^2} \frac{\lambda^2}{\pi\Omega}\right) \sum_j f_{rh} \sin \varphi_j.$$

В этом случае величины, входящие в выражения для интегральных интенсивностей запишутся в виде

$$\chi_h = \chi_{rh}' - \chi_{ih}'' + i(\chi_{rh}'' + \chi_{ih}'), \quad (2.58)$$

$$\text{где } |\chi_h|^2 = |\chi_{rh}'|^2 (1 + \kappa^2 + 2s), \quad s = [\chi_{rh}'' \chi_{ih}' - \chi_{rh}' \chi_{ih}''] / |\chi_{rh}'|^2,$$

$$\kappa = |\chi_{ih}'| / |\chi_{rh}'|.$$

Аналогичное выражение можно записать и для отрицательных значений  $h$ . Тогда важное для определения атомного формфактора значение согласно (2.57) получаем в виде

$$\chi_h \chi_{\bar{h}} = |\chi_{rh}|^2 (1 - \kappa^2 + 2ip). \quad (2.59)$$

$$|\chi_h \chi_{\bar{h}}| = |\chi_{rh}|^2 \sqrt{(1 - \kappa^2)^2 + 4p^2},$$

где  $p = \frac{\chi'_{rh} \chi'_{ih} + \chi''_{rh} \chi''_{ih}}{|\chi_{rh}|^2} = \kappa \cos v_h$ .

И, наконец, приведем еще одно соотношение, очень важное в динамической теории рассеяния РЛ

$$\left| \frac{\chi_{\bar{h}}}{\chi_h} \right| \approx 1 - 2 \left| \frac{\chi_{ih}}{\chi_{rh}} \right| \sin v_h, \quad (2.60)$$

которое описывает влияние полярности решетки на рассеяние.

Теперь перейдем к рассмотрению этих соотношений при работе с длинами волн, близкими к К-краям поглощения компонент кристалла. Как отмечалось выше, в этом случае значительное влияние на структурный фактор, а следовательно, и на коэффициент поляризуемости  $\chi$  оказывают дисперсионные поправки. Как отмечалось выше, вблизи области аномального рассеяния фаза имеет постоянно меняющееся значение за счет уменьшения действительной части атомного формфактора.

Вблизи К-края поглощения возможна еще одна интересная ситуация, когда действительная часть фактора рассеяния равна нулю [47,48]. Эта ситуация реализуется двумя путями: а) при больших значениях векторов дифракции за счет равенства  $\Delta f' = f_0$ , что возможно очень близко к краю поглощения; б) в случае квазизапрещенных рефлексов в бинарных кристаллах при выполнении условия  $(f_0 + \Delta f')_{\text{Ga}} = (f_0 + \Delta f')_{\text{As}}$  на опреде-

ленном волновом расстоянии от К-края поглощения. В этом случае (2.50) необходимо записать в виде [49]

$$\chi_h \chi_{\bar{h}} = |\chi_h|^2 (1 - b^2 + 2ip \cos \delta), \quad (2.61)$$

где  $|\chi_h|^2 = |\chi_{rh}|^2 + |\chi_{ih}|^2$ ,  $b = \sqrt{2} \cdot |\chi_{ih}| / |\chi_h|$ ,  $p = |\chi_{rh}| \cdot |\chi_{ih}| / |\chi_h|^2$ .

Параметр  $b$  равняется нулю, когда мнимая часть коэффициента Фурье равна нулю, и равен максимальному значению, т.е.  $\sqrt{2}$ , когда действительная часть атомного рассеяния равна нулю. Таким образом, даже в этом специфическом случае (2.61) параметр  $\chi_h \chi_{\bar{h}}$  имеет ненулевое значение, и рассеяние определяется только мнимой частью функции атомного рассеяния.

## **Глава 3**

### **Основы динамической теории рассеяния рентгеновских лучей при различных соотношениях действительной и мнимой частей структурного фактора**

Предыдущие главы были посвящены анализу особенностей поведения атомного формфактора для длин волн вблизи К-краев поглощения, а также влияния этих особенностей на рассеяние рентгеновских лучей в случае, когда взаимодействием падающей и отраженной волн можно пренебречь (первое приближение Борна в задаче рассеяния). В данной же главе анализируются последствия учета многократности рассеяния в области аномальной дисперсии излучения. Обсуждаются изменения основных динамических характеристик: коэффициентов Фурье поляризуемости, а также формы важнейшего геометрического образа динамической теории — дисперсионной поверхности Эвальда. Кроме того, рассматривается уникальный случай рассеяния РЛ в области аномальной дисперсии при использовании сверхструктурных отражений в бинарных кристаллах, когда действительная часть структурного фактора может быть равной нулю.

#### **3.1. Основные уравнения динамической теории в области аномальной дисперсии**

Влияние диэлектрических свойств среды на поляризацию волн в кристалле при дифракции излучений было тщательно изучено в работе Г. Мольера [1]. Согласно этой работе фунда-

ментальные уравнения для составляющих  $D_m$  волнового поля в динамической теории имеют следующую форму :

$$\left(1 - K^2 / K_m^2\right) D_m^2 = \sum_q^N \left(C_{mq} D_q\right) K_m \cdot \quad (3.1)$$

Величины  $C_{mq}$  здесь имеют тензорный характер. Они состоят из коэффициентов Фурье скалярной диэлектрической восприимчивости  $\chi_{m-q}$  [2] и резонансного члена  $A_{mq}$ , который может распадаться на слагаемые, описывающие, соответственно, процессы рассеяния и поглощения:

$$C_{mq} = \chi_{m-q} + A_{mq}^{Scat} + A_{mq}^{abs} \cdot \quad (3.2)$$

Для частот РЛ, далеких от края поглощения, значение  $A_{mq}$  пренебрежимо мало и  $C_{mq}$  эквивалентно диэлектрической восприимчивости  $\chi$ , зависящей от разности индексов  $m - q$ .

Введем  $N$  различных координатных систем (по одной для каждого луча) для “смешанного” представления тензора  $C_{mq}$ ,  $m$ -тая координата, которой имеет  $Z$  оси, параллельные волновому вектору  $\vec{K}_m$ . Амплитуды вектора смещения  $\vec{D}_m$  перпендикулярны соответствующему волновому вектору  $\vec{K}_m$ . Беря во внимание индекс  $\vec{K}_m$  в правой части уравнения (3.1), получим двумерный уменьшенный тензор  $C_{mq}$ , который не содержит  $Z$  компонент. Вводя, как обычно, в динамической теории ошибку возбуждения  $\varepsilon$  [2,3],

$$2\varepsilon_m = \left(1 - K^2 / K_m^2\right) , \quad (3.3)$$

получим двумерную матрицу алгебраических уравнений:

$$\sum_q^N \left\{ C_{mq} - 2\varepsilon_m \delta_{mq} \right\} D_q = 0 \quad , \quad (3.4)$$

где  $\delta_{mg}$  — индекс Кронекера.

Соответственно получим матрицу уравнений ранга  $2N$

$$([C] - 2[\varepsilon])D = 0, \quad (3.5)$$

где  $[\varepsilon]$  содержит ошибки возбуждения и двумерные унитарные матрицы  $E_2$ :

$$[\varepsilon] = \begin{pmatrix} \varepsilon_0 E_2 & 0 & 0 \dots \\ 0 & \varepsilon_m E_2 & 0 \dots \\ 0 & 0 & \varepsilon_q E_2 \dots \\ \dots \dots \dots \end{pmatrix}. \quad (3.6)$$

Здесь  $N$  — число пучков.

Когда возбуждается только одно отражение, в кристалле кроме падающей волны имеется только одна отраженная так называемый двухволновой случай :

$$[C] = \begin{pmatrix} C_{00}^{x_0 x_0} & C_{00}^{x_0 y_0} & C_{0m}^{x_0 x_m} & C_{0m}^{x_0 y_m} \\ C_{00}^{y_0 x_0} & C_{00}^{y_0 y_0} & C_{0m}^{y_0 x_m} & C_{0m}^{y_0 y_m} \\ C_{m0}^{x_m x_0} & C_{m0}^{x_m y_0} & C_{mm}^{x_m x_m} & C_{mm}^{x_m y_m} \\ C_{m0}^{y_m x_0} & C_{m0}^{y_m y_0} & C_{mm}^{y_m x_m} & C_{mm}^{y_m y_m} \end{pmatrix}. \quad (3.7)$$

Собственные  $2N$ -размерные векторы  $D$  содержат компоненты электрических векторов волн  $D_0^{x_0}, D_0^{y_0}, D_m^{x_m}, D_m^{y_m}$ .

Уравнение (3.5) дает хорошо известную дисперсионную поверхность для двухволнового случая с четырьмя ветвями: две из них, для которых электрический вектор лежит в плоскости падения ( $\pi$ -поляризация), и две, для которых он перпендикулярен к ней ( $\sigma$ -поляризация). Это не выполнимо вблизи К-края. В кристалле с центром симметрии значение  $A_{mg}^{scat}$  целиком вещественно, а значение  $A_{mg}^{abc}$  полностью мнимое. Для более низких частот, чем частота  $\nu_K$  поглощение  $A_{mg}^{abc}$  становится малым и

им можно пренебречь. Как было показано в работах [1,2], все значения  $A_{mg}^{scat}$  становятся действительными и равными между собой, если длины волн РЛ существенно больше боровского радиуса кристалла. Поскольку в этом случае  $A_{mg}^{scat}$  зависит только от  $(m - q)$ , мы можем записать

$$C_{mq} = \chi_{\bar{m}} + \Delta\chi_{m-q} \quad , \quad (3.8)$$

где  $\Delta\chi_{m-q}$  представляет собой скалярный поправочный член. Если  $[C]$  является действительным, то симметричный тензор его собственных функций представляет собой кристаллические волны, поляризованные линейно и перпендикулярные одна другой.

Следует упомянуть, что рассеяние рентгеновских лучей с частотами, близкими к частоте К-края поглощения  $\nu_K = (E_L - E_K)/h$ , где  $E_i$  — энергии электронов на  $L$  и  $K$  уровнях, привлекало внимание и других исследователей. Так, в [2] было впервые показано, что для таких частот может быть написана система основных уравнений динамической теории

$$\frac{K_m^2 - K^2}{K_m^2} D_m = \sum_q \left( \chi_{m-q} D_q + \left[ A^{(m,q)} D_q \right]_{[m]} \right) \quad , \quad (3.9)$$

которая связывает между собой амплитуды  $D_m$  всех волновых полей в кристалле. Индекс  $[m]$  означает проекцию, перпендикулярную направлению  $K_m$ . Основным отличием системы (3.9) от уравнений, соответствующих случаю, когда частота падающего излучения далека от  $\nu_K$ , является наличие слагаемого в квадратных скобках, которое содержит тензорную величину  $A^{(m,q)}$ .

Тензорная величина  $A^{(m,q)}$ , как показал Лауэ [2], появилась в результате учета в выражении тока Шредингера членов, которыми можно пренебречь, когда частота излучения далека от  $\nu_K$ .



Значение  $\Lambda^{(m,q)}$  оказалось равным приросту коэффициента Фурье поляризуемости кристалла  $\Delta\chi_{m-q}$  за счет близости  $\nu$  к  $\nu_K$ , когда вследствие аномальной дисперсии [4] меняется функция атомного рассеяния кристалла  $\Delta f$  :

$$\Delta\chi_{m-q} = -\frac{e^2}{\pi m \nu^2 V} \sum_p \Delta f_p e^{2\pi i(b_{m-q} \cdot R_p)}, \quad (3.10)$$

где  $e$ ,  $m$  — заряд и масса электрона,  $V$  — объем элементарной ячейки,  $R_p$  — радиус-вектор  $p$ -го атома. При этом сохраняется связь  $\Delta\chi$  со структурным фактором

$$\Delta\chi_h = -\frac{e^2}{\pi m \nu^2} \frac{\Delta F_h}{V} = -\frac{e^2}{\pi \nu^2 V} \sum_p \Delta f_p e^{2\pi i(b_h \cdot R_p)}, \quad (3.11)$$

где

$$\Delta f_p = -\frac{h}{2\pi^2 m} \sum_n \frac{\nu_{0n}}{\nu_{0n}^2 - \nu^2} \left| \int U_n^p \frac{\delta U_0(p)}{\delta Z_q} d\tau \right|^2 \quad (3.12)$$

учитывает изменение  $f$  для  $p$ -го атома из-за близости частоты  $\nu$  к каждой из собственных частот  $\nu_{0h}$ . Здесь  $U_n^{(p)}$  — собственные функции отдельных электронов в изолированном атоме.

С учетом (3.10) — (3.12) система основных уравнений динамической теории записывается в прежнем виде:

$$\frac{K_m^2 - K^2}{K_m^2} D_m = \sum_q (\chi_{m-q} D_q + \Delta\chi_{m-q} D_q)_{[m]}. \quad (3.13)$$

Из сказанного следует, что и для частот вблизи  $\nu_K$  в кристалле также образуются рентгеновские волновые поля, модулированные пространственной периодичностью, что позволяет использовать в указанной области частот развитые ранее количественные методы. Действительно, О.Н. Ефимовым и

Э. Персоном [5] было показано, что интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей сохраняют свой смысл и для частот, близких к  $\nu_K$ . В работах других авторов было изучено поведение интегральных и пиковых интенсивностей, полуширины кривых качания и других характеристик кристалла вблизи  $\nu_K$  [6, 7].

С целью проверки, насколько справедливым можно считать применение условия  $\chi_{ih} < \chi_{rh}$  при вычислениях интенсивностей для длин волн вблизи  $\lambda_K$ , нами были проведены расчеты динамических  $\chi_{rh}$ ,  $\chi_{r0}$ ,  $\chi_{i0}$  и  $\chi_{ih}$  в широком интервале длин волн. Зависимость  $\mu(\lambda)$ , а также  $\varepsilon$  была взята из работы [8]. Поправки на дисперсию  $K$ - и  $L$ -электронов рассчитывались по формуле

$$\chi_{rh} = -\frac{e^{2\lambda}\lambda^2}{\pi mc^2 V} F_{rh} = -\frac{e^2\lambda^2}{\pi mc^2 V} 8(f_{rh} + \Delta f'_{rh}) \quad (3.14)$$

В (3.14) действительная часть функции атомного рассеяния  $f_{rh}$ , согласно формуле Хёнля [9], исправлена на величину  $\Delta f_{rh}$ , которой вследствие близости к  $K$ -краю поглощения  $Ge$  длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  пренебрегать нельзя.

Оценка  $\Delta f_{rh1}$  и  $\Delta f_{rh2}$  для длин волн  $\lambda_1 > \lambda_K$  и  $\lambda_2 > \lambda_K$  может быть выполнена по формуле

$$\Delta f_{rh} = \frac{2^7 e^{-4}}{9} \left\{ \frac{4}{(1-\delta_K)^2} \frac{\ln|x^2-1|}{x^2} - \frac{1}{(1-\delta_K)^3} \left( \frac{2}{x^2} + \frac{1}{x^3} \ln \left| \frac{x-1}{x+1} \right| \right) \right\}, \quad (3.15)$$

содержащейся в монографиях [10, 11].

$$\text{В (3.15) } x = \lambda_K / \lambda, \quad \delta = 1 - \frac{911}{\lambda_K A}, \quad A = (Z - 0,3)^2 + 1,33 \cdot 10^{-5} (Z - 0,3)^4,$$

где  $Z$  — порядковый номер элемента. Расчет показывает, что величины  $\ln|\chi_{rh}|e^{-M}$ , входящие в выражения интенсивности [6]

для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , соответственно равны 11,54 и 11,47, что дает основание считать, что их разность, используемая при рассмотрении скачка интенсивности, близка к нулю (см. главы 4 и 5). Легко видеть, что в длинноволновой области вблизи К-края поглощения условие  $\chi_{ih} < \chi_{rh}$  хорошо выполняется в широком интервале варьирования  $\lambda$ . Что касается коротковолновой области, то для  $\lambda > 0,1099\text{нм}$ ,  $\chi_{rh} = 9,68 \cdot 10^{-6}$ , а  $\chi_{ih} = 2,13 \cdot 10^{-6}$  и членом  $\chi_{ih}^2$  уже нельзя пренебрегать по сравнению с  $\chi_{rh}^2$  при расчете интегральной интенсивности (см. параграф 3.3). Для длины волны  $\lambda = 0,1002\text{нм}$  ( $\chi_{rh}^2 = 80,2 \cdot 10^{-12}$  и  $\chi_{ih}^2 = 1,88 \cdot 10^{-12}$ ) величиной  $\chi_{ih}^2$  уже можно пренебречь по сравнению с  $\chi_{rh}^2$  [2]. Таким образом, при измерениях интенсивностей излучения для длин волн, расположенных на расстоянии  $\Delta\lambda = 0,0012\text{нм}$  от  $\lambda_K$  можно использовать в соответствующих расчетах обычные формулы Лауэ.

### **3.2 Частные варианты дисперсионной поверхности, реализующиеся в случае, когда действительная часть структурного фактора равна нулю**

Далее ограничимся случаем двухволнового приближения динамической теории рассеяния, когда сфера Эвальда проходит вблизи только двух узлов обратной решетки. Известное из динамической теории рассеяния РЛ уравнение дисперсионной поверхности (ДП) в двухволновом приближении [3], устанавливающее зависимость произведения нормалей  $\xi_0$  и  $\xi_h$ , опущенных из точки возбуждения на асимптоты гиперболы, от поляризуемости кристалла  $\chi_h$ ,

$$\xi_0 \xi_h = \frac{1}{4} K^2 C^2 \chi_h \chi_{\bar{h}}, \quad (3.16)$$

было обобщено в [12] на случай произвольного значения мнимой части  $\chi_{ih}$  поляризуемости ( $\chi_{ih} \neq 0$ ):

$$(\xi_0 - iK_{0i})(\xi_h - iK_{0i}) = K_{0r}^2 \chi_h^2 (1 - b^2 + 2ip \cos \delta) / 4. \quad (3.17)$$

Здесь  $K_{0i}$  – мнимая часть волнового вектора, падающей на кристалл волны,  $b = \sqrt{2q}$ , где  $q = 1/(1 + |\chi_{rh}|^2 / |\chi_{ih}|^2)$ , а  $p = |\chi_{rh}| |\chi_{ih}| / \chi_h^2 \equiv (|\chi_{rh}| / |\chi_{ih}|) q$ . Величина  $\delta$  [12] описывает разность фаз между действительной и мнимой частями  $\chi_h$  ( $\delta = \alpha_{ih} - \alpha_{rh}$ ). Важный для характеристики различных случаев параметр  $q$  может принимать следующие значения:  $q=0$  для  $|\chi_{ih}|=0$ ;  $q=0,5$  для  $|\chi_{rh}| = |\chi_{ih}|$  и  $q=1$  для  $|\chi_{rh}|=0$ . В последнем случае рассеяние в кристалле описывается только мнимой частью структурного фактора  $F_{ih}$ . Такая ситуация близка к той, которая реализуется вблизи К-края поглощения (область аномальной дисперсии РЛ).

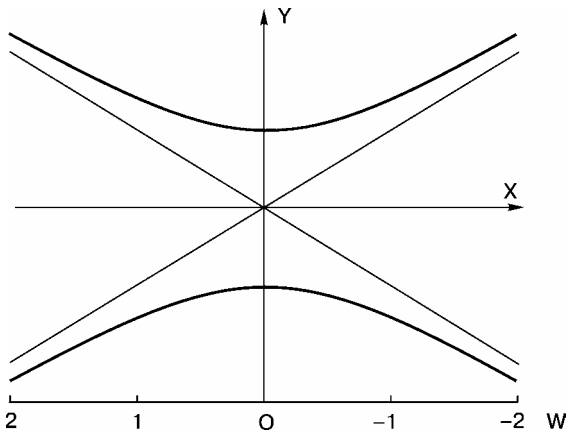


Рис. 3.1. Вид дисперсионной гиперболической поверхности в случае Лауэ-дифракции при условии  $\chi_{rh} > \chi_{ih}$

Введя прямоугольную систему координат, описывающую положение ДП относительно поверхности кристалла (ось  $Y$  направлена по основному диаметру гиперболы перпендикулярно поверхности (рис. 3.1.)), получим согласно [2] известное уравнение ДП для симметричного случая Лауэ-дифракции при  $\chi_{hr} > \chi_{ih}$  ( $q=0$ ):

$$(Y \cos \theta)^2 - (X \sin \theta)^2 = K_{0r}^2 |\chi_{rh}|^2 / 4. \quad (3.18)$$

По оси абсцисс координата  $X$  отсчитана в масштабе величины  $W$ , характеризующей отклонение ориентации кристалла от точного брэгговского положения ( $W=0$ ).

Для случая  $|\chi_{rh}|=0$  ( $q=1$ ) соответствующее уравнение гиперболической ДП при Лауэ-дифракции принимает форму

$$(X \sin \theta)^2 - (Y' \cos \theta) = K_{0r}^2 |\chi_{ih}|^2 / 4, \quad (3.19)$$

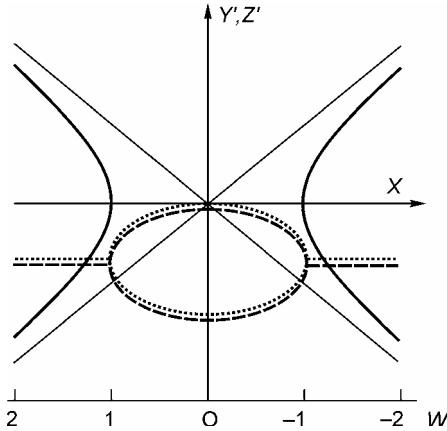


Рис. 3.2. Вид дисперсионной поверхности для частного случая (Лауэ-дифракции), когда  $\chi_{rh}=0$

потому что ордината  $Y$  имеет теперь комплексный характер ( $Y = Y' + iZ'$ ). Ветви гиперболы (сплошные линии на рис. 3.2), представляющие собой геометрическое место точек возбуждения волновых полей повернуты относительно их положения на рис. 3.1 на  $90^\circ$ , как в известном в работе [2] случае дифракции Брэгга. Рис. 3.2 демонстрирует ситуацию для этого случая (параметр  $q=1$ ), где ординаты  $Y'$  и  $Z'$  показывают на одном графике положения как действительной части ДП (гипербола, уравнение которой (3.19)), так и мнимой части.

Уравнение последней, а именно

$$(X \sin \theta)^2 + (Z' \cos \theta - K_{0i})^2 = K_{0r}^2 |\chi_{ih}|^2 / 4, \quad (3.20)$$

является эллипсом, показанным на рис. 3.2. штриховой линией. Мнимая часть ДП является геометрическим местом точек возбуждения в интервале  $W=\pm 1$ . Поглощение энергии РЛ здесь

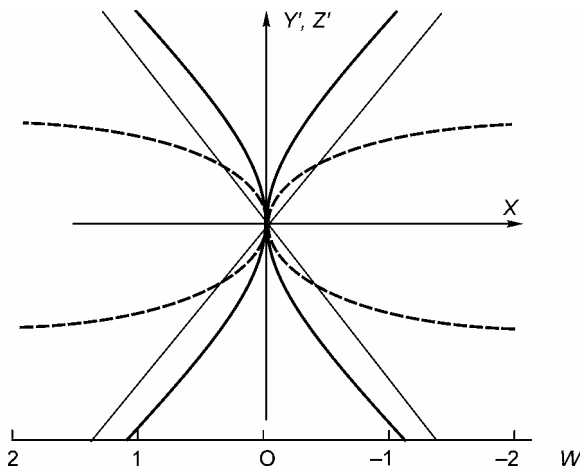


Рис. 3.3. Вид дисперсионной поверхности для случая дифракции Брэгга при условии  $\chi_{rh} = 0$  ( $q=1$ )

Нижняя же часть этого эллипса описывает аномально сильное поглощение по сравнению со средними (фотоэлектрическими) потерями энергии, характеризующимися горизонтальной пунктирной линией справа и слева от эллипса.

Взаимодействие волновых полей, генерирующихся точками возбуждения, локализованными на правой и левой ветвях ДП, приводит к маятниковым колебаниям интенсивности (явление маятниковых осцилляций интенсивности), которые были обнаружены в [12] на кривых качания, полученных расчетным путем.

При брэгговской дифракции РЛ в случае  $|\chi_{rh}|=0$  (параметр  $q=1$ ) график ДП имеет сложный вид (рис. 3.3). Его действительная часть, описываемая уравнением

$$(Y' \sin \theta)^2 - (Z' \sin \theta)^2 - (X \cos \theta)^2 = K_{or} |\chi_{ih}|^2 (1 - g^2) / 4, \quad (3.21)$$

где  $g = \chi_{i0} / |\chi_{ih}|$ , изображается сплошными кривыми, соприкасающимися в точке  $W=0$  при точном брэгговском положении

удобно характеризовать мнимой частью волнового вектора  $Z' = K_{oi} / \cos \theta$ . Для верхней части пунктирного эллипса на рис. 3.2., касающегося абсциссы  $X$ , уровень поглощения равен 0 (прозрачный кристалл). Эта часть эллипса отвечает ситуации, когда реализуется слабое (аномальное) поглощение.

кристалла. Мнимая часть ДП показана на этом же рисунке штриховыми кривыми. Основным отличием такой ДП по сравнению с известной ее формой [2] является соприкосновение двух ветвей гиперболы при  $W=0$ . Следствием этого интересного результата есть очень узкая кривая качания, полуширина которой может составлять 0,01 от полуширины известной кривой Дарвина. Это свойство кривой отражения кристалла может быть использовано в экспериментах с синхротронным излучением, когда высокий уровень интенсивности облегчает получение такой кривой.

### 3.3. Интерференционная прозрачность кристалла (эффект Бормана) в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей

В работе Э. Жилинской-Рогозинской [13] была получена формула, описывающая распределение дифференциальной интенсивности интерференционных пучков (проходящего,  $T$ , и дифрагированного,  $R$ ) в геометрии Лауэ дифракции для наиболее общего случая, когда мнимыми частями коэффициентов Фурье поляризуемости  $\chi_{ih}$  нельзя пренебрегать по сравнению с действительными частями  $\chi_{rh}$  (близость к К-краю поглощения вещества). В этих условиях введенные Лауэ [2] динамические функции  $\Phi_h$  и  $\Psi_h$  содержат мнимые части

$$\Phi_h = \chi_{rh}\chi_{r\bar{h}} - \chi_{ih}\chi_{i\bar{h}} , \quad (3.22)$$

$$\Psi_h = \chi_{rh}\chi_{i\bar{h}} + \chi_{r\bar{h}}\chi_{ih} , \quad (3.22')$$

с помощью, которых может быть описана интенсивность пучков в двухволновом приближении для фиксированного значе-

ния  $\theta_i$  отклонения кристалла  $\Delta\theta$  от точного положения Брэгга ( $\Delta\theta = \theta_i - \theta_B$ ).

Дифференциальные интенсивности R и T пучков согласно [7] запишутся так:

$$R = \frac{\alpha_r^2 + \alpha_i^2 \exp\left[-0,5(\gamma_0^{-1} + \gamma_h^{-1})\mu_0 t\right]}{4(\cos h^2 v_r \cos^2 v_i + \sin h^2 v_r \sin^2 v_i)} \cdot \times \quad (3.23)$$

$$\times \left\{ \exp(-\Delta\mu t) + \exp(\Delta\mu t) - 2 \cos 2\pi K (\delta_{r1} - \delta_{r2}) t \right\},$$

$$T = \frac{\exp\left[-0,5(\gamma_0^{-1} + \gamma_n^{-1})\mu_0 t\right]}{4(\cos h^2 v_r \cos^2 v_i + \sin h^2 v_r \sin^2 v_i)} \times \quad (3.23')$$

$$\times \left\{ \exp[-\Delta\mu t - 2v_r] + \exp[\Delta\mu t + 2v_r] + \right.$$

$$\left. + 2 \cos\left[2\pi K (\delta_{r1} - \delta_{r2}) t - 2v_i\right] \right\}.$$

Здесь  $\alpha_r$  — и  $\alpha_i$  — соответствующие действительная и мнимая части величины  $\alpha = \left( \frac{\Phi_h + \Psi_h}{\chi_{rh}^2 + \chi_{ih}^2} \right)^{1/2}$ .

Параметр  $v$  описывает, как и в работе Лауэ [2], отклонение дифракционных условий от точного брэгговского положения кристалла ( $v_r$  и  $v_i$  — соответственно его действительная и мнимая части). Другие общепринятые обозначения в формулах 3.23, 3.23' означают:  $\gamma_0$  и  $\gamma_h$  — направляющие косинусы падающего и отраженного пучков,  $t$  — толщину кристалла,  $\vec{K}$  — волновой вектор падающей волны,  $\mu_0$  — нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения, а  $\Delta\mu$  — добавку к нему за счет интерференционного воздействия РЛ с периодической средой,  $\delta_{r1}$  и  $\delta_{r2}$  — расстояние между ветвями дисперсионной поверхности, рассмотренное детально в монографии Лауэ [2].



Полученные формулы демонстрируют не только наличие двух блоховских волн (экспоненциальные члены в фигурных скобках), маятниковые осцилляции интенсивностей между ними, но и переходят в известные соотношения динамической теории [2, 3] при  $\chi_{rh}^2 > \chi_{ih}^2$  и  $\Phi_h > |\psi_h|$ :

$$R = \frac{\chi_{\bar{h}}}{\chi_h} \frac{\exp\left[-0,5(\gamma_0^{-1} + \gamma_h^{-1})\mu_0 t\right]}{4 \cosh^2 v_r} \times \quad , \quad (3.24)$$

$$\times \left\{ \exp(\Delta\mu t) + \exp(-\Delta\mu t) - 2 \cos\left[2\pi K (\delta_{r2} - \delta_{r1}) t\right] \right\}$$

$$T = \frac{\exp\left[-0,5(\gamma_0^{-1} + \gamma_h^{-1})\mu_0 t\right]}{4 \cosh^2 v_r} \times \quad . \quad (3.24')$$

$$\times \left\{ \exp(\Delta\mu t) + (-\Delta\mu t) + 2 \cos\left[2\pi K \cdot (\delta_{r2} - \delta_{r1}) t - 2v_i\right] \right\}$$

Важно также отметить, что усреднение (3.23) по периоду маятникового колебания дает выражение, совпадающее с известной формулой Рамачандрана [14]:

$$R \square \exp\left[-0,5(\gamma_0^{-1} + \gamma_h^{-1})\mu_0 t\right] \cos(\Delta\mu t). \quad (3.25)$$

Указанные выше обстоятельства свидетельствуют о том, что все известные экспериментальные методы исследования структурного совершенства реальных кристаллов (включая и метод основанный на эффекте Бормана, который описывается вторыми членами в формулах 3.24 и 3.24'), могут быть использованы в области аномальной дисперсии рентгеновских лучей, где уровень поглощения (уровень мнимой части функции аномального рассеяния  $f_i''$ ) велик.

Хотя аналитические выражения для интегральных отражающих способностей ( $R_i$ ,  $T_i$ ), которые получаются путем интегрирования выражений (3.24) и (3.24') по области интерференции, т.е. по  $v_r$ , до настоящего времени не известны, числен-

ный расчет по этим формулам дает значения  $R_i$ ,  $T_i$ , близкие к экспериментальным значениям. В таких расчетах должны использоваться формулы теории Г. Хёнля для  $f_{rh}$  и  $f_{ih}$ , а также силы осцилляторов по Д.Т. Кромеру [15], как это было сделано в ряде работ [16—18].

## **Глава 4**

### **Некоторые аспекты измерений интенсивностей вблизи К-краев поглощения с использованием однокристалльного спектрометра**

При измерениях интенсивностей дифракционных максимумов в области аномальной дисперсии излучения нами использовались традиционные источники рентгеновских лучей — рентгеновские трубки, которые в условиях подавления кратных гармоник для заданной длины волны тормозного спектра не позволяют получать оптимальные значения измеряемых интенсивностей в случае применения многокомпонентных монохроматизирующих устройств. Поэтому нами использовалась простая схема дифракции, реализующаяся на однокристалльном спектрометре (ОКС), в котором в качестве монохроматора использовался сам исследуемый кристалл. Такой упрощенный подход имеет ряд существенных недостатков, однако корректный учет отрицательных инструментальных факторов позволяет, как показано в настоящей главе, получить достоверные значения важнейших дифракционных характеристик и параметров, количественно описывающих степень структурного совершенства кристалла.

#### **4.1. Влияние геометрических факторов и аппаратурной функции на интенсивности дифракционных максимумов, измеряемых на однокристалльном спектрометре**

Количественные исследования степени совершенства монокристаллов, целью которых является определение интегральных характеристик структуры, проводятся главным образом на двукристалльном спектрометре (ДКС). Преимуществом этого

прибора по сравнению с однокристальным (ОКС) является отсутствие дисперсии в положении ( $n, — n$ ), более высокая степень поляризации [1] и возможность измерения интенсивности лучей  $I_0$ , падающих на исследуемый кристалл.

Для обоснования возможности использования ОКС для указанных выше целей необходимо показать, что недостатки этого прибора не могут существенно повлиять на качество получаемой информации. Для этого, в первую очередь, сравним некоторые инструментальные факторы, влияющие на измеряемые интенсивности при работе на ДКС и ОКС. Важнейшими из них являются ширина спектрального окна  $\Delta\lambda$ , и рассеянное излучение, влияние которых детально рассмотрено в работе [2]. Авторы этой работы указывают на принципиальную возможность получения весьма узких спектральных окон с помощью щелевого монохроматора. Интервал длин волн  $\Delta\lambda$ , удовлетворяющих условию дифракции Брэгга при данном положении кристалла, главным образом зависит от горизонтальной расходимости лучей в приборе.

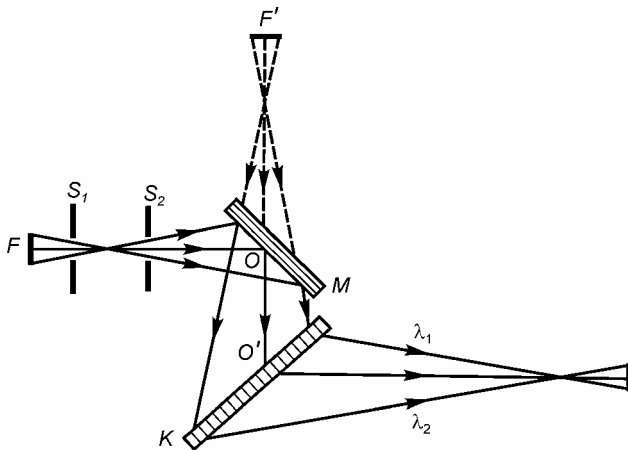


Рис. 4.1. Ход лучей в ОКС и ДКС ( $F$  и  $F'$  — соответственно фокус трубки и его мнимое изображение,  $M$  — монохроматор,  $K$  — кристалл в положении Лауэ-дифракции)

Для оценки указанной расходимости рассмотрим рис. 4.1, на котором изображен ход лучей в ДКС и ОКС. Пучок рентгеновских лучей, исходящий из фокуса шириной  $f$  и имеющий угол расходимости  $\phi$ , пройдя систему щелей  $S_1$  и  $S_2$ , падает на кристалл  $M$ , являющийся монохроматором в ДКС.

Отразившись от монохроматора, пучок продолжает расходиться так, как если бы он исходил из мнимого изображения фокуса  $F'$ , которое симметрично фокусу  $F$  относительно отражающей плоскости монохроматора. Для расчета расходимости пучка в ДКС удобно использовать лучи, исходящие как из  $F$ , так и из  $F'$ . Ход лучей в ОКС можно показать, если на рис.4.1. удалить монохроматор  $M$ , а источник считать, помещенным в положении  $F'$ . Из этого следует, что расходимость лучей в ДКС и ОКС определяется одними и теми же параметрами (шириной фокуса  $f$ , расстоянием  $l$  от фокуса до наиболее удаленной щели и шириной этой щели  $s$ ):

$$\varphi = 2 \operatorname{arctg} \frac{s+f}{2l} . \quad (4.1)$$

Записав условия Вульфа — Брэгга для крайних лучей с длинами волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ :

$$\lambda_1 = 2d \sin \left( \theta_B - \frac{\varphi}{2} \right),$$

$$\lambda_2 = 2d \sin \left( \theta_B + \frac{\varphi}{2} \right),$$

где  $\theta_B$  — угол Брэгга для осевого луча, получим выражение для ширины спектрального окна  $\Delta\lambda$

$$\Delta\lambda = 4d \cos \theta_B \sin \frac{\varphi}{2} = 4d \cos \theta_B \sin \left( \operatorname{arctg} \frac{s+f}{2l} \right). \quad (4.2)$$

Из (4.2) видно, что при надлежащем выборе параметров  $s, f, l$  спектральное окно может стать как угодно малым. Если не изменять ширину щели  $s$  и размер фокусного пятна  $f$ , то  $\Delta\lambda$  будет уменьшаться при увеличении  $l$ . Так угол расходимости  $\varphi$  можно значительно уменьшить, если вблизи исследуемого кристалла

поставить дополнительную щель шириной  $s$ . Легко показать, что в этом случае результирующая расходимость

$$\varphi' = 2 \arctg \left( \frac{s}{h + g} \right), \quad (4.4)$$

где  $g = OO'$  — расстояние между кристаллами,  $h = OF'$ .

Вследствие сходимости лучей при Лауэ-дифракции в случае ОКС, применение ограничивающих щелей у окна счетчика для уменьшения горизонтальной расходимости не эффективно. В описанных опытах две щели ОКС шириной 0,5 мм устанавливались вблизи источника рентгеновских лучей и ширина спектрального окна составляла 0,0042 нм. Это значение почти в три раза превышает ширину спектрального окна ДКС [3], при которой были определены интегральные характеристики аномального прохождения Елистратова-Ефимова ( $\mu_i$  и  $y_i$ ) вблизи К-края поглощения германия. Несмотря, однако, на увеличенный на ОКС спектральный интервал  $\Delta\lambda$ , в этих опытах получены значения  $\chi_{ih1}$  и  $\chi_{ih2}$ , удовлетворительно согласующиеся с величинами, рассчитанными по данным работы [3]. Все измеренные интенсивности были скорректированы на величину фона, измеренного в недифрагирующем положении кристалла. Фон слабо зависел от угла поворота кристалла и возрастал при уменьшении его толщины. Гармоники непрерывного спектра  $\lambda/2$ , соответствующие длинам волн, близким к длине волны К-края поглощения, исключались выбором напряжения питания трубки.

Наряду с известными недостатками (отличная от нуля дисперсия, недостаточная поляризация рентгеновских лучей, отсутствие возможности измерения интенсивности падающего пучка  $I_0$ ) ОКС имеет и определенные достоинства. Так, без перестройки прибора оказывается возможным исследовать Лауэ-дифракцию от различных плоскостей кристалла, а также проводить исследования в различных областях непрерывного и характеристического спектра трубки. Для таких исследований

достаточно однократной юстировки прибора, в то время как аналогичные измерения на ДКС требуют в каждом отдельном случае довольно трудоемкой смены монохроматора с последующей юстировкой прибора.

Покажем теперь, что с помощью ОКС можно определить значение интегрального коэффициента аномального прохождения  $\mu_i$  даже в случае, когда не известна интенсивность  $I_0$  излучения, падающего на кристалл с отражательной способностью  $R$ . Логарифм относительной интенсивности Лауэ-дифрагированного пучка  $\ln i_R$  можно записать в виде

$$\ln i_R = \ln \frac{R_i}{I_0} = \ln R_i - \ln I_0, \quad (4.4)$$

где  $R_i$  — интегральная отражательная способность кристалла.

Теперь формулу для интегральной интенсивности дифракционного максимума в толстом кристалле [4] запишем в виде

$$\ln R = -(\mu - 2\pi k |\chi_{ih}| e^{-M}) t - \frac{1}{2} \ln t + y_i + y'' + \ln I_0, \quad (4.5)$$

где согласно [4]  $y_i = \ln(|\chi_{rh}| e^{-M})$ , а  $y'' = -\frac{1}{2} \ln(2\pi k |\chi_{ih}| e^{-M}) + \ln \frac{\sqrt{2\pi}}{4 \sin \theta}$ .

Из (4.5) следует, что поскольку при работе на ОКС значения  $I_0$  не известны, не удастся определить интегральную характеристику аномального прохождения  $y_i = \ln(|\chi_{rh}| e^{-M})$ , пропорциональную действительной части структурного фактора.

Нужно отметить, что при варьировании режима питания трубки изменяется  $I_0$ , а значит, и интегральная отражательная способность  $R_i$ . Графически это обстоятельство должно проявляться в параллельном сдвиге прямой  $\ln R_i = f(t)$ , что и подтвердилось в эксперименте. Наклон прямой, определяющий

интегральный интерференционный коэффициент поглощения (ИКП)  $\mu_i = \mu - 2\pi k |\chi_{ih}| e^{-M}$ , при этом, однако, не изменяется.

Отсутствие возможности определения  $y_i$  на ОКС несколько сужает круг задач по изучению совершенства кристаллов. Однако имеющиеся литературные данные свидетельствуют, что в целом ряде случаев параметр  $y_i$  остается практически неизменным при наличии некоторых видов дефектов [5, 6]. Изменение характеристики  $y_i$  наблюдалось лишь в случае наличия в кристаллах блочности или вакансионных коагулятов [7, 8]. Все сказанное дает возможность полагать, что в целом ряде случаев для характеристики степени совершенства кристалла можно пользоваться только одной интегральной характеристикой  $\mu_i$ .

Отметим, что все известные измерения на ОКС проводились только на Лауэ-дифрагированном пучке  $R$ . Это связано с трудностями выделения полезной интенсивности в прямом пучке вследствие попадания в счетчик фонового излучения, а также с тем обстоятельством, что форма кривой качания Лауэ-проходящего пучка претерпевает значительные изменения с уменьшением толщины кристалла. На  $T$ -кривой (съемка на прохождение) качания тонкого кристалла наблюдаются экстинкционные минимумы. Форма же  $R$ -кривой при переходе от толстого к тонкому кристаллу не изменяется, что показано экспериментально [9] и теоретически [10].

Измеряемые на ОКС интенсивности в фиксированном положении кристалла (с применением тормозного спектра РЛ) являются более близкими к интегральным, чем к пиковым, поскольку расходимость падающих лучей обеспечивает интегрирование интенсивностей в определенном интервале углов [11]. Изменение же интегральной интенсивности Лауэ-отраженного пучка, вызванное различными геометрическими факторами при проведении эксперимента, может быть описано введением некоторого множителя  $k$ . Таким образом, в выражении логарифма интенсивности (4.6) появится дополнительный член  $\ln k$ , кото-



рый не может оказать влияния на интерференционный коэффициент поглощения  $\mu_i$ .

Все сказанное дает основание предполагать, что с помощью ОКС и ДКС могут быть получены близкие значения  $\mu_i$ . Для проверки этого предположения нами были проведены измерения  $\mu_i$  на ДКС и ОКС бездислокационного германия ( $\rho = 40$  Ом·см) на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении для отражения 220. На образце I было проведено девять измерений для различных толщин в интервале от 0,2000 до 0,0906 см. Измерения на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении были проведены на образце II, вырезанном из соседнего с образцом I участка одного и того же монокристалла. Значение  $\mu_i$ , полученное с помощью ДКС ( $\mu_i = 16,48 \pm 0,12$  см<sup>-1</sup>), согласуется с результатом измерений на ОКС ( $\mu_i = 16,20 \pm 0,05$  см<sup>-1</sup>). Здесь и в дальнейшем  $\mu_i$  были вычислены методом наименьших квадратов с учетом влияния на интенсивность члена  $0,5 \ln t$ . (см.(4.5))

Результаты экспериментов, таким образом, позволяют сделать вывод, что с помощью ДКС и ОКС при использовании характеристического излучения могут быть получены хорошо согласующиеся значения интегральных коэффициентов аномального поглощения  $\mu_i$ .

Покажем теперь, что и измерения на непрерывном спектре (в области аномальной дисперсии) позволяют получить достоверную информацию. В работе [12] продолжены исследования, выполненные для интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  вблизи К-края поглощения для сравнительно тонких кристаллов. В указанной работе максимальная толщина кристаллов достигала 250 мкм, так что в длинноволновой области вблизи К-края поглощения ( $\lambda_2 > \lambda_K$ ) уже нельзя было пользоваться приближением толстого кристалла. Поэтому можно лишь указать способ определения компонент коэффициентов Фурье восприимчивости  $\chi_{ih1}$  и  $\chi_{ih2}$ . Ве-

личины  $\chi_{ih1}$  и  $\chi_{ih2}$  могут быть определены из следующих формул:

$$\left. \begin{aligned} -\mu_2 + 2\pi k_2 |\chi_{ih2}| e^{-M} + \mu_1 - 2\pi k_1 |\chi_{ih1}| e^{-M} &= A \\ \frac{1}{2} \ln \frac{\chi_{ih1}}{\chi_{ih2}} &= B \end{aligned} \right\}, \quad (4.6)$$

где  $A = -\mu_{i2} + \mu_{i1}$  — разность интерференционных коэффициентов аномального прохождения РЛ  $\mu_{i2}$  для  $\lambda_2 > \lambda_K$  и  $\mu_{i1}$  для  $\lambda_1 < \lambda_K$ . Значения  $A$  и  $B$ , которые детально обсуждаются в гл. 5, могут быть определены по графику  $\ln S = \ln \frac{i_2}{i_1} = f(t)$ : первая —

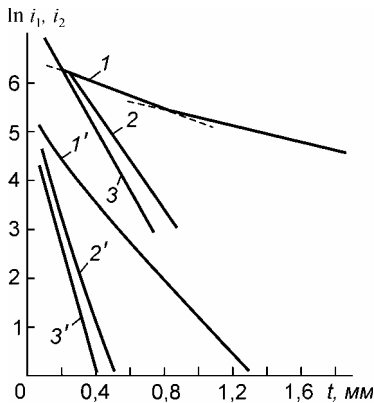


Рис.4.2. Экспериментальные зависимости  $\ln i_2 = f(t)$  (1,2,3) и  $\ln i_1 = f(t)$  (1', 2', 3') для кристаллов с различной плотностью дислокаций:

- 1,1' —  $N_d = 0$ ,
- 2,2' —  $N_d = 9,8 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ,
- 3,3' —  $N_d = 2,6 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$

как тангенс угла наклона прямой линии к оси абсцисс, вторая — как отрезок, отсекаемый на оси ординат.

В работе [12] измерения интенсивностей  $i_2$  проводились на образце при стравливании кристалла до толщины 0,18 см, а  $i_1$  — при стравливании до толщины 0,13 см. На рис. 4.2 показаны исправленные на  $0,5 \ln t$  графики  $\ln i_2 = f(t)$  и  $\ln i_1 = f(t)$  для кристаллов с различной плотностью дислокаций  $N_d$ . Видно, что с ростом  $N_d$  значения  $\mu_{i2}$  и  $\mu_{i1}$  увеличиваются. Функция  $\ln i_2 = f(t)$  для бездислокационного кристалла характеризуется одним наклоном в широком интервале толщин, где параметр поглощения  $\mu t$  обеспечивает существование чистого эффекта Бормана. В то же время зависимость  $\ln i_2 = f(t)$  имеет

прямолинейный участок с  $\mu_{i2}=(8,07\pm 0,06)\text{см}^{-1}$  в интервале толщин 0,08 — 0,13см, что соответствует значениям  $\mu t = 12,8 \div 20,8$ . В области меньших толщин наблюдается криволинейный участок зависимости, который, однако, может быть охарактеризован некоторым средним коэффициентом поглощения  $\mu_{i2} = (12,38 \pm 0,29) \text{ см}$  (см. рис. 4.2 и табл. 4.1).

**Таблица 4.1**

*Интегральные характеристики аномального прохождения  $\mu$ , измеренные с помощью ОКС вблизи К-края поглощения Ge на длинах волн  $\lambda_1 = 0,1095 \text{ нм}$  и  $\lambda_2 = 0,1137 \text{ нм}$*

$N_d$ , $\text{см}^{-2}$	Интервал исследований толщин, см	$\mu_{i1}$ , $\text{см}^{-1}$	$\Delta\mu_{i1} = \mu_{i1}^{(N_d)} - \mu_{i1}^{(0)}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i2}$ , $\text{см}^{-1}$	$\Delta\mu_{i2} = A = \mu_{i2}^{(N_d)} - \mu_{i2}^{(0)}$ , $\text{см}^{-1}$	$\Delta\mu_s$ , вычисленная по наклону зависимости $\ln S = f(t)$ , $\text{см}^{-1}$
0	0,0358-0,0773	38,84 $\pm 0,35$	0	12,38 $\pm 0,29$	0	27,26 $\pm 0,49$
0	0,0821-0,1296	37,61 $\pm 0,22$	0	8,07 $\pm 0,06$	0	29,68 $\pm 0,17$
$9,8 \cdot 10^4$	0,0245-0,0598	101,06 $\pm 1,36$	62,22	49,54 $\pm 0,13$	37,16	51,50 $\pm 2,18$
$2,6 \cdot 10^5$	0,0227-0,0398	131,85 $\pm 0,98$	93,01	69,11 $\pm 0,13$	49,73	69,74 $\pm 1,05$

Нелинейная зависимость  $\ln i_2 = f(t)$ , исправленная на величину  $0,5 \ln t$  [6], в области малых толщин, по-видимому, может быть объяснена наличием в кристалле волновых полей с поляризацией вектора  $D$ , в плоскости волновых векторов  $K_0$  и  $K_h$  блоховской волны. Графическая оценка показала, что влияние волнового поля №1 с нормальной поляризацией  $D$ , описываемое формулой (34.34) монографии Лауэ [13], мало, чтобы оказать существенное влияние на интенсивность в области исследованных толщин.

Как и следовало ожидать, разность коэффициентов поглощения ( $\mu_{i2}$  и  $\mu_{i1}$ , определенная по зависимостям  $\ln i_2 = f(t)$  и  $\ln i_1 = f(t)$ ), равна тангенсу угла наклона функции  $\ln S = f(t)$ . Сопоставление найденных значений  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  в [12] для бездислокационного кристалла Ge с результатами, полученными на ДКС в [3], показывает хорошее совпадение:  $\mu_{i2} = (8,07 \pm 0,06) \text{ см}^{-1}$  для  $\lambda_2 = 0,1137 \text{ нм}$  ( $\mu t > 12,8$ ) согласуется с  $\mu_{i2} = 8,49 \text{ см}^{-1}$ , полученным в [3] для  $\lambda_2 = 0,11323 \text{ нм}$ ,  $\mu_{i1} = (38,84 \pm 0,35) \text{ см}^{-1}$ , измеренное на ОКС для  $\lambda_1 = 0,1095 \text{ нм}$ , близко к значению  $\mu_{i1} = 39,14 \text{ см}^{-1}$  для  $\lambda_1 = 0,10982 \text{ нм}$ . Таким образом, учитывая, что измерения проводились на различных монокристаллах и несколько отличающихся длинах волн в обоих случаях, можно считать, что получено удовлетворительное совпадение этих данных с результатами [3].

Результаты, приведенные выше, свидетельствуют о том, что в целом ряде случаев для исследования степени совершенства кристаллов при использовании тормозного излучения может быть использован такой простой прибор, каким является однокристалльный спектрометр. Это дает основание использовать ОКС для исследования Лауэ-дифракции от различных плоскостей, что значительно может снизить трудоемкость работы без существенной потери качества получаемой информации.

Здесь же следует заметить, что при получении кривых отражения на ОКС, счетчик одновременно регистрирует сумму интенсивностей излучения с длинами волн в интервале от  $\lambda_0 - \Delta\lambda/2$  до  $\lambda_0 + \Delta\lambda/2$ , т.е. кривая отражения представляет собой сумму кривых отражения для набора длин волн, заключенного в спектральном окне. Поскольку угловая расходимость первичного пучка  $\Delta\theta$  существенно больше угловых размеров интерференционной области, регистрируется величина, пропорциональная, сумме интегральных интенсивностей с длинами волн от  $\lambda_0 - \Delta\lambda/2$  до  $\lambda_0 + \Delta\lambda/2$ .

Для более полного обоснования возможности получения достоверной информации о структурном совершенстве кристалла с помощью ОКС [14, 15] на примере арсенида галлия был проведен расчет влияния на измеряемые интенсивности различных инструментальных факторов в следующих случаях:

- а)  $I_0(\lambda) = \text{const}$  и параллельного пучка;
- б)  $I_0(\lambda) = \text{const}$ , но расходящегося пучка;
- в) при законе распределения этой функции по длинам волн, представленном на рис.4.3, (кривая 2);

г) когда излучение распределено по длинам волн  $I_0(\lambda) = \text{const}$ , а кроме того существует распределение  $I'_0(\lambda) = f(\lambda)$  в пределах спектрального окна, в котором благодаря расходимости излучения рентгеновские лучи могут интерферировать одновременно в фиксированном положении кристалла.

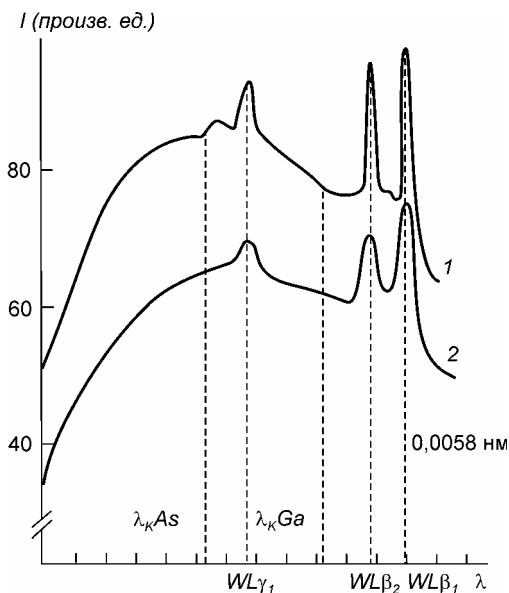


Рис.4.3. Функции распределения интенсивностей:  $I'_0(\lambda)$  (кривая 1) и  $I_0(\lambda)$  (кривая 2)

интерферировать одновременно в фиксированном положении кристалла.

Кривые  $I_0(\lambda) = \text{const}$ , и  $I'_0(\lambda) = f(\lambda)$  для расчета интенсивностей были получены экспериментальным путем при брэгговском отражении тормозного спектра от кристалла Si с величинами спектральных окон, соответственно, 0,0004 нм и 0,004 нм. Интенсивность дифрагированных пучков при условии их расходимости в интервале

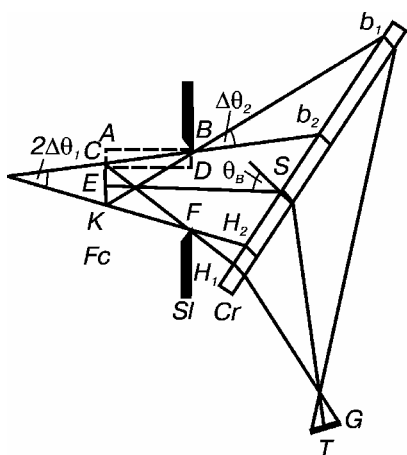


Рис. 4.4. К расчету расходимости лучей в ОКС (СК — ширина фокуса, Sl — щель, Cr — кристалл, G — счетчик)

$\theta - (\Delta\theta_1 + \Delta\theta_2) \div \theta + (\Delta\theta_1 + \Delta\theta_2)$  (рис. 4.4), что соответствует крайним дифрагирующим лучам с длинами волн  $\lambda_{H1}$  и  $\lambda_{B1}$  подсчитывалась по формуле

$$I(\lambda_B) = \int_{\lambda_{H1}}^{\lambda_{B1}} Ni(\lambda) K_1(\lambda) d\lambda, \quad (4.7)$$

где  $i(\lambda)$  — среднее арифметическое от излучений с двумя видами поляризации;  $N$  — нормирующий множитель;  $K_1(\lambda)$  — фактор распределения по длинам волн для центральной и боковых областей (рис. 4.4):

$$K_1(\lambda) = \begin{cases} \frac{\lambda - \lambda_{B1}}{\lambda_{B1} - \lambda_{B2}}, & \text{при } \lambda_{B2} \leq \lambda \leq \lambda_{B1}, \\ 1, & \text{при } \lambda_{B2} \leq \lambda \leq \lambda_{H2}, \\ \frac{\lambda_{H1} - \lambda}{\lambda_{H1} - \lambda_{H2}}, & \text{при } \lambda_{H2} \leq \lambda \leq \lambda_{H1}. \end{cases} \quad (4.8)$$

Длины волн  $\lambda_{B1}$ ,  $\lambda_{B2}$ ,  $\lambda_{H1}$ ,  $\lambda_{H2}$  можно определить из углов, соответствующих этим лучам, используя уравнение Вульфа — Брэгга.

Результаты расчета интенсивностей при Лауэ-дифракции для случаев а) и г) представлены на рис. 4.5. Видно, что для этих крайних случаев, первый из которых соответствует идеализированным условиям параллельного пучка и  $I_0(\lambda) = \text{const}$ , а второй — отвечает реальным условиям эксперимента со спектральным окном  $\Delta\lambda = 0,004$  нм, наблюдается совпадение интенсивностей для длин волн, удаленных от К-края поглощения Ga и As на расстоя-

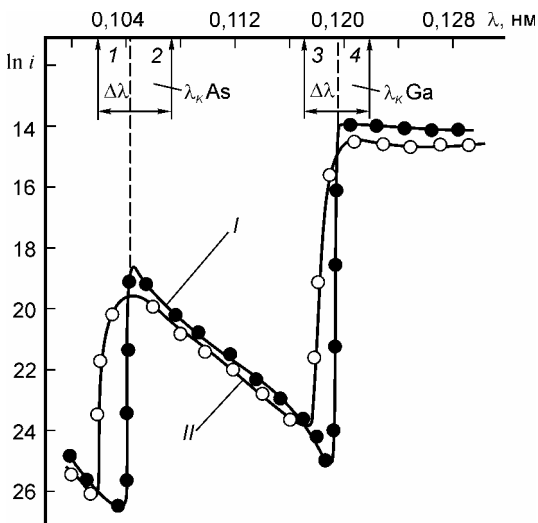


Рис. 4.5. Зависимости  $\ln i = f(\lambda)$  вблизи  $\lambda_K$  Ga и  $\lambda_K$  As:  $I_0(\lambda) = \text{const}$  (кривая 1) и  $I_0(\lambda) = f(\lambda)$ ; (кривая 2) (Кривые получены расчетным путем для случаев:  $I_0(\lambda)$  при параллельном пучке (кривая I) и  $I_0(\lambda) = f(\lambda)$  (кривая II)  $\Delta\lambda = 0,004 \text{ нм}$  — ширина спектрального окна ОКС. 1, 2, 3 и 4 — значения, которые обычно используются для измерений интенсивностей

измерения ведутся в точках максимальной и минимальной интенсивностей вблизи К-краев поглощения и если при этом вводится поправка на реальное распределение спектра.

Рассмотрим теперь влияние указанных выше инструментальных факторов на толщинную зависимость логарифма скачка интенсивностей  $\ln S = At + B$  возле К-края поглощения. Для этой цели функции  $\ln S = At + B$  были рассчитаны для четырех указанных вы-

ние  $\pm \Delta\lambda/2$ . В то же время для точек, расположенных более близко к  $\lambda_K$  чем  $\pm \Delta\lambda/2$ , поправки, оказываются существенными. Поправки на интенсивность вследствие учета распределения  $I'_0(\lambda)$  (на рис. 4.3 этот случай не показан) в отдельных случаях достигают 2%. Введение этих поправок дает возможность получить правильные значения измеряемых параметров.

Таким образом, несмотря на то что инструментальные факторы оказывают существенное влияние на измеряемую интенсивность, с помощью ОКС может быть получена достоверная информация, если измерения

ше случаев для 111 и  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$  Лауэ-отражений. В случае а) получены истинные значения параметров  $A$  и  $B$  (табл. 4.2).

**Таблица 4.2**

*Расчет влияния различных инструментальных факторов ОКС на параметры  $A$  и  $B$*

Реф-лекс	Случай	Галлий				Мышьяк			
		$A, \text{см}^{-1}$	$\Delta A\%$	$B$	$\Delta B\%$	$A, \text{см}^{-1}$	$\Delta A\%$	$B$	$\Delta B\%$
111	а)	213,7	0	1,04	0	142,1	0	0,161	0
	б)	213,4	0,15	1,04	0	143,0	0,7	0,161	0
	в)	213,7	0	1,02	2	142,1	0	0,209	30
	г)	212,9	0,4	1,02	2	143,2	0,9	0,209	30
$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	а)	214,8	0	0,64	0	142,2	0	0,547	0
	б)	213,6	0,5	0,66	3	143,0	0,7	0,549	0,4
	в)	214,8	0	0,62	3,5	142,2	0	0,595	8
	г)	213,1	0,9	0,64	0,5	143,0	0,7	0,600	9

*Примечание. Отклонения  $\Delta A$  и  $\Delta B$  вычислены по отношению к случаю а).*

Разброс параметра  $A$  не превышает 1% для всех рассмотренных случаев, что означает слабую зависимость параметра  $A$  от инструментальных факторов. В то же время разброс параметра  $B$  в отдельных случаях достигает 30%. Такое большое отклонение параметра  $B$  от истинного значения наблюдается не только в случае г), но и в случае в), откуда следует, что закон распределения интенсивности по длинам волн имеет основное влияние на величину параметр  $B$ . Влияние его особенно ощутимо когда абсолютное значение  $B$  мало.



## 4.2. Влияние коротко- и длинноволновых составляющих тормозного спектра на результаты измерений интегральной интенсивности

Из пучка лучей непрерывного спектра, который падает на кристалл согласно закону Брэгга, отражается не только длина волны  $\lambda$ , но и высшие гармоники  $\lambda/n$  ( $n = 2, 3, \dots$ ), которые не являются запрещенными. Высшие гармоники могут быть подавлены сложным кристаллом-монокроматором. Для типичных кристаллов Si и Ge, которые используются для монохроматизации РЛ, для сплошного излучения энергетическая разрешающая способность составляет  $\Delta E/E$  порядка  $10^{-4}$ , а полуширина кривой качания Дарвина — несколько угловых секунд. Метод подавления высших гармоник многоканальным анализатором хорошо подходит для синхротронного излучения. В случае использования непрерывного спектра излучения рентгеновской трубки применение этого метода практически невозможно вследствие слабой интенсивности. Поэтому здесь применяется в основном метод регулирования анодного напряжения. Известно, что граничное значение длины волны  $\lambda_{\min} = 12,39/U_a$ . Выбирая определенным образом анодное напряжение  $U_a$ , можно избавиться от высших гармоник для интервала длин волн вблизи К-краев поглощения, где проводятся измерения.

Не менее важной проблемой при получении достоверной информации является наличие в спектре излучения и длинноволновых составляющих. В работе [16], в частности, показано, что при измерении интегральной интенсивности и ширины линий даже с помощью двукристального спектрометра могут возникать большие ошибки, обусловленные влиянием длинноволновых составляющих. Например, измеренное значение интегральной интенсивности линии  $K_{\alpha}$  излучения молибдена, отраженной от плоскости (333) кристалла кремния, может оказаться в четыре раза выше истинного. Эта ошибка вызывается

вкладом компонент излучения непрерывного спектра с длиной волны  $3\lambda$ , отраженной от плоскости (111). Ошибка зависит от конкретных параметров экспериментальной установки, важнейшими из которых являются напряжение на трубке и допустимое значение горизонтальной расходимости пучка. Эта ошибка может быть уменьшена, а в большинстве случаев даже полностью исключена с помощью соответствующих фильтров. Основная причина, по которой длинноволновые составляющие оказываются столь существенными, заключается в том, что более длинные волны дифрагируют от плоскостей более низкого порядка, которые имеют высокое значение атомного фактора.

Другой важной проблемой при измерениях на сплошном спектре рентгеновской трубки является наличие двух состояний поляризации РЛ [17]. Поскольку избавиться от этого экспериментальным путем, в случае использования ОКС и сплошного спектра рентгеновской трубки, невозможно, то в наших расчетах учитывался и этот факт. Динамическая теория рассеяния РЛ свидетельствует, что при падении на кристалл неполяризованного излучения в нем возбуждаются волновые поля двух состояний поляризации. Первое из них характеризуется расположением вектора смещения волны  $D$  в плоскости волновых векторов  $k_o$ ,  $k_h$ , второе — ориентацией  $D$  перпендикулярно к указанной плоскости. Фактор поляризации  $P$  при этом будет равен  $\cos 2\vartheta$  или 1, соответственно, для первого и второго полей. Фактор поляризации  $P$  входит в выражение для ИКП, что характеризует различную степень ослабления этих волновых полей. Для волновых полей, точки возбуждения которых расположены на той ветви дисперсионной поверхности, которая ближе к точке Лауэ, даже в приближении толстого кристалла не наблюдается погасания компоненты с параллельной поляризацией. Это обстоятельство означает, что в случае измерений на ОКС и ДКС должно ощущаться наличие параллельной компоненты волновых полей. Рассмотрим влияние этих полей в случае ОКС.

Интенсивность первичного пучка, который падает на кристалл можно представить в виде

$$I_0 = I_\sigma + I_\pi, \quad (4.9)$$

где  $I_\sigma$   $I_\pi$  — соответственно, параллельная и перпендикулярная составляющие интенсивности луча. Тогда фактор линейной поляризации можно представить в виде

$$S = (I_\sigma - I_\pi)/I_0, \quad (4.10)$$

и поляризационный фактор, выраженный через  $Q$ , запишется в виде

$$S = 1/2[(1+Q)+(1-Q)\cos^2 2\vartheta]. \quad (4.11)$$

В случае малых углов Брэгга вклад каждой из поляризаций приблизительно одинаковый и тогда  $S$ , как следует из (4.12), будет равен единице. Прежде чем перейти к анализу влияния волновых полей на параметры  $A$  и  $B$ , рассмотрим поведение интенсивностей в образце, в котором присутствуют два состояния поляризации. Будем исходить при этом из того предположения, что кристалл достаточно толстый, чтобы волновые поля обоих состояний поляризации, пучности которых расположены на атомных рядах, уже поглощены. В этом случае для отражений с четными индексами можно составить выражение для функции, описывающей скачок интенсивности у края поглощения, приведенного в [14]:

$$W(t) = \ln \frac{I_{2\sigma} + I_{2\pi}}{I_{1\sigma} + I_{1\pi}} = \ln \frac{I_{02} \sqrt{\chi_{ih1}} \left\{ \begin{array}{l} \exp[-(\mu_2 - 2\pi k_2 |\chi_{ih2}| \exp(-M))t / \gamma_2] + \\ + P_1 \exp[-(\mu_2 - 2\pi k_2 |\chi_{ih1}| P_1 \exp(-M))t / \gamma_2] \end{array} \right\}}{I_{01} \sqrt{\chi_{ih2}} \left\{ \begin{array}{l} \exp[-\mu_1 - 2\pi k_1 |\chi_{ih1}| \exp(-M))t / \gamma_1] + \\ + P_2 \exp[-(\mu_1 - 2\pi k_1 |\chi_{ih1}| P_2 \exp(-M))t / \gamma_1] \end{array} \right\}} \quad (4.12)$$

В этом случае простые аналитические выражения для параметров  $A$  и  $B$  не могут быть получены и для определения значений параметров  $A$  и  $B$  необходимы численные расчеты. Расчеты представлены в табл. 4.3.

**Таблица 4.3**

*Теоретические (для двух состояний  $\sigma$  и  $\pi$  поляризации) и экспериментальные значения параметров  $A$  и  $B$ .*

Реф- лекс	Галлий						Мышьяк					
	A, см <sup>-1</sup>			B			A, см <sup>-1</sup>			B		
	Экс- пери- мент	Теория		Экс- пери- мент	Теория		Экс- пери- мент	Теория		Экс- пери- мент	Теория	
	$\sigma$ , $\pi$	$\sigma$		$\sigma$ , $\pi$	$\sigma$		$\sigma$ , $\pi$	$\sigma$		$\sigma$ , $\pi$	$\sigma$	
111	203	212	204	0,09	1,02	1,03	136	143	137	-0,05	0,21	0,15
220	19,4	17,0	16,6	1,1	1,09	0,79	11,3	8,16	12,24	0,49	0,52	0,32
400	28,4	24,3	35,3	1,46	1,15	0,79	5,6	17,9	25,6	0,59	0,50	0,32

Изучение МОИ для интегральной отражательной способности для так называемых КЗР с помощью ОКС, вызвало необходимость исследования влияния наличия двух состояний поляризаций РЛ в кристалле на их видимость (см. гл. 6). С этой целью в [18] был проведен расчет толщинных зависимостей ИОС для каждого из полей при отражении 200, а также для суммарного волнового поля при наличии двух поляризаций (рис. 4.6). Как следует из этого рисунка, наличие двух поляризаций приводит к незначительному смазыванию картины осцилляций ИОС для КЗР, однако они остаются видимыми. Это происходит потому, что для КЗР период колебаний очень большой, и незначительная разница в периодах для каждой из поляризаций слабо влияет на суммарную картину маятниковых осцилляций.

### 4.3. Проблемы учета фона при измерениях на сплошном спектре трубки вблизи К-краев поглощения компонент кристалла

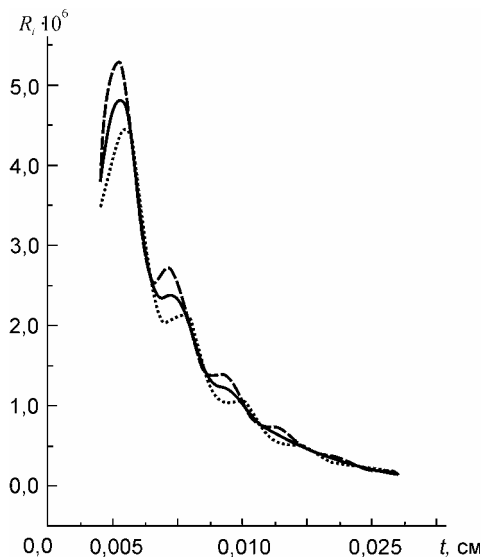


Рис. 4.6. Зависимости ИОС КЗР 200 от толщины GaAs для волновых полей с двумя поляризациями: штриховая кривая —  $\sigma$ , пунктирная —  $\pi$ -поляризации и сплошная кривая — суммарная

Одним из важных моментов при измерениях ИОС, особенно для КЗР, является вопрос влияния термодиффузного рассеяния (ТДР). Единственный среди изученных типов дефектов, который не сопровождается ростом параметра В при изучении скачков интенсивности вблизи К-краев поглощения, являются ТДР, хотя характеристика А при этом увеличивается [19, 20]. Это может быть объяснено слабым влиянием термодиффузной составляющей. Как показано в [21], для GaAs этот эффект составляет только 0,11% даже для высокоиндексных

рефлексов. Вопрос, однако, заключается не столько в малом значении ТДР, сколько в характере распределения этой компоненты в обратном пространстве. Расчет вклада ТДР для случая однокристалльного спектрометра был сделан в [22, 23]. При этом показано, что этот вклад для бинарного кристалла зависит во многом от геометрии съемки. Его величину можно оценить следующим образом:

$$\delta = \frac{I_{TDS}}{I_B} \approx \left( \frac{4}{\cos^3 \theta} + \ln \frac{\Delta \theta}{\Delta \theta_B} \right) \frac{3\pi^3 \cos^4 \theta}{8} \frac{a}{\Lambda^2} \left( \frac{M_1^A(\vec{h})}{\mu_1^A(\vec{h})} + \frac{M_2^B(\vec{h})}{\mu_2^B(\vec{h})} \right), \quad (4.13)$$

где  $\Delta \theta$  — угловая ширина окна спектрометра;  $\Delta \theta_B$  — угловая ширина кривой отражения;  $a$  — параметр решетки;  $\Lambda$  — длина экстинкции. В случае, рассмотренном в работе [23],  $\Delta \theta \rightarrow 1/300$ , откуда  $\delta \rightarrow 1\%$ , т.е.  $\delta \ll 1$ , и вкладом термодиффузного рассеяния в пределах погрешности эксперимента можно пренебречь. Отметим, что  $\delta$  зависит от  $\Delta \theta$  слабо (логарифмически), так что в случае предельно широкого окна спектрометра ( $\Delta \theta \approx \pi$ )  $\delta$  возрастает всего в 2 раза по сравнению с указанным выше значением. Следовательно, малость  $\delta$  достигается не за счет того, что детектор регистрирует часть термодиффузного фона, а за счет малости значений динамических факторов Дебая — Валлера  $M_1^A(\vec{h})$  и  $M_2^B(\vec{h})$ . Таким образом, относительная плавность распределения интенсивности ТДР в обратном пространстве приводит к известному факту неизменности характеристик  $y_i$ , а также параметра  $B$  зависимости  $\ln S$  от толщины (см. параграфы 5.3 и 5.4).

Как было показано в [3], при использовании рентгеновской трубки на повышенных режимах, в особенности для длин волн вблизи К-края поглощения (как в коротко-, так и длинноволновой областях), в отраженном от кристалла пучке наблюдается большой вклад флуоресцентного излучения. При этом установлено, что чувствительность к изменению интенсивностей отраженных лучей для различных длин волн используемого спектра излучения, а также к изменению процента флуоресцентного излучения будет зависеть от величины спектрального окна  $\Delta \lambda$  спектрометра. Наиболее корректным способом учета вклада флуоресцентного излучения в измеряемую интенсивность является использование твердотельного энергочувствительного детектора [24]. Другие методы

измерения фонового излучения, включая и флуоресцентную компоненту, описаны в работах [25, 26].

#### **4.4. К вопросу определения интегральных отражательных способностей кристаллов с помощью однокристалльного спектрометра (метод эталона)**

Выше упоминалось, что одним из основных недостатков однокристалльного спектрометра (ОКС) является отсутствие возможности измерения интенсивности  $I_{0\lambda}$  излучения, падающего на кристалл. Из этого следует, что непосредственно использовать ОКС для определения важных характеристик динамического рассеяния невозможно, так как неизвестной является аппаратурная функция угловой расходимости РЛ  $\Delta\theta$ , которая включает в себя ряд параметров, которые не поддаются расчету. Реальная же кривая отражения для кристалла, в случае ОКС, существенно расширена по сравнению с собственной шириной отражения идеального кристалла, за счет неизвестной аппаратурной функции [27, 28]. Эта функция в свою очередь зависит от спектральной  $\Delta\lambda$  и угловой  $\Delta\theta$  расходимостей падающего излучения, которые определяются геометрическими параметрами установки (шириной щелей, расстоянием между ними, шириной фокуса рентгеновской трубки) и рядом других инструментальных факторов. Кроме того, значение  $\Delta\lambda$  должно зависеть и от типа рефлекса, который реализуется в эксперименте.

Указанных трудностей можно избежать, если использовать дополнительно отражение от эталонного совершенного кристалла, полуширина максимума которого  $\omega_e$  [29]. Интегральную интенсивность пучка  $I_p$  с длиной волны  $\lambda$ , дифрагированную совершенным кристаллом, можно выразить через интегральный коэффициент отражения  $R_i(\Delta\vartheta)$ :

$$I_p = I_{0\lambda} R_i(\Delta\vartheta) \omega_e. \quad (4.14)$$

Интегральную интенсивность  $I_r$  в случае нарушенного кристалла, содержащего хаотически распределенные дефекты, можно записать через аналогичное выражение, заменив  $R_i(\Delta\vartheta)$  формулой для интегральной отражательной способности реального кристалла  $R_{ir}(L)$ , в которую входит характеристика структурного совершенства (статический фактор Дебая — Валлера  $L_h$ ):

$$I_r = I_{0\lambda} R_{ir}(L) \omega_r . \quad (4.15)$$

Проведенные экспериментальные исследования [30] и расчеты показали, что значение  $\omega_r/\omega_e$  мало отличается от единицы независимо от степени структурного совершенства кристаллов, типа отражения, уровня поглощения. Поэтому рассмотрение отношения  $I_r/I_p$  позволяет исключить из расчета неизвестные величины  $I_{0\lambda}$  и  $\omega$ :

$$I_r / I_p = R_{ir}(L) / R_i(\Delta\vartheta) = f(L) , \quad (4.16)$$

что в конечном счете дает возможность рассчитать искомые параметры структурного совершенства, используя известные выражения для  $I_r$  и  $I_p$ .

Для доказательства правомочности предложенной методики, в которой измеряется интенсивность дифрагированного пучка от эталонного кристалла и используется отношение интегральных интенсивностей однокристалльных отражений исследуемого и эталонного кристаллов, были определены известные из литературы параметры динамического рассеяния рентгеновских лучей для различных отражений  $g(hkl)$  от монокристалла кремния. Записав формулы (4.14) и (4.15) для двух отражений, одно из которых «эталонное» (например, 220) получим выражение для  $\chi_{rg}$  — действительной части коэффициентов Фурье восприимчивости среды  $\chi$  идеального кристалла:

$$\chi_{rg} = m \frac{\sin 2\vartheta_g c_{220} \chi_{r220} J(h_g, \varepsilon_g) \exp(-h_{220} + h_g) \omega_g}{\sin 2\vartheta_{220} c_g J(h_{220}, \varepsilon_{220}) \omega_{220}} , \quad (4.17)$$



где  $m = I_g / I_{220}$  — отношение измеренных интегральных интенсивностей для  $g$ -го и «эталонного» отражения 220,  $J(h_g, \varepsilon_g)$ ,  $J(h_{220}, \varepsilon_{220})$  — функции Бесселя для  $g$ -го и отражений 220 от параметров  $h = \mu t / \cos \vartheta_g$ ,  $\varepsilon_g = \chi_{ig} / \chi_{i0}$ , остальные обозначения соответствуют [30].

В табл. 4.4. приведены определенные с помощью данной методики значения  $\chi_{rg}$  для различных отражений  $g$ . Функция атомного рассеяния  $f_{r220} = 8,49$  для расчета  $\chi_{rg}$  в (4.17) взята из работы [31].

**Таблица 4.4**

*Значения  $\chi_{rg}$ , полученные данным методом и с использованием данных работы [10]*

Рефлекс	m	$\chi_{rg} \cdot 10^6$ (предложенный способ)	$\chi_{rg} \cdot 10^6$ [10]
1	2	3	4
111	1,30	1,60	1,74
220	0,313	1,66	1,57
224	0,415	1,40	1,39
400	0,571	1,37	1,21
331	0,44	1,10	1,09

Сравнение определенных согласно данной методике и рассчитанных на основании работы [10] значений  $\chi_{rg}$  ( колонка 4 таблицы) свидетельствует о хорошем согласовании настоящих результатов с опубликованными при варьировании отношения  $m$  в достаточно широких пределах, и, следовательно, о возможности получения достоверных структурных характеристик с помощью предлагаемого метода, так как значение  $\omega_e / \omega_r$  действительно практически равно единице.

Еще одним возможным источником ошибок при измерениях на КЗР может быть влияние многоволновых отражений. Для исключения влияния многоволновых рефлексов путем азимутального ска-

нирования образца выбирались угловые области, где присутствовало только базовое отражение 200.

Временная зависимость интенсивности излучения рентгеновских трубок требует исправления и нормализации интенсивности измеренных рефлексов. Эта интенсивность обычно масштабируется к постоянной монитора с учетом статистики измерений и мертвого времени [32].

Поскольку значения интегральной интенсивности (ИИ) при регистрации КЗР 200 в геометрии Лауэ в области длин волн, расположенных между К-краями поглощения, близки к фоновым значениям ( $k_f = i_f / i_d = 2,0$ , где  $i_f$  и  $i_d$  — соответственно плотность импульсов при измерениях фона и дифрагированного пучка), то необходимая точность измерений 1% достигается путем набора количества импульсов и многократного числа проходов по энергиям. Статистическая ошибка измерений ИИ в присутствии фона определялась как

$$\varepsilon(i_d) = \frac{1}{\sqrt{i_d T}} \sqrt{1 + 2k_f}, \quad (4.18)$$

где  $T$  — время измерения ИИ. Для описанных в этой книге экспериментов с использованием ОКС  $k_f = 2,0$  и при  $\varepsilon = 0,01$  время измерений в каждой точке, в зависимости от длины волны, при условии выполнения нормального закона распределения ошибок составляло 40 — 200 с.

## Глава 5

### **Интегральные интенсивности и их скачки в области аномального рассеяния**

В настоящей главе описан развитый нами впервые метод анализа толщинных зависимостей интегральных дифракционных максимумов, измеряемых в области аномальной дисперсии вблизи К-края поглощения вещества в случае Лауэ-дифракции рентгеновских лучей, для определения основных дифракционных характеристик реального кристалла. Изучен характер изменения этих параметров в кристаллах, содержащих однородно распределенные дефекты структуры первого и второго типов по классификации М.А. Кривоглаза. Использование статистической динамической теории В.Б. Молодкина при интерпретации угловых зависимостей указанных параметров позволило не только установить тип доминирующих кулоновских деформационных центров, но и определить основные их характеристики.

#### **5.1. Интегральные характеристики Елистратова—Ефимова для описания дифракционных максимумов при эффекте Бормана в кристаллах с дефектами структуры**

Исследование процессов рассеяния рентгеновских лучей так называемыми почти совершенными кристаллами, содержащими некоторое количество дефектов структуры (дислокации, упругие макроскопические деформации, сегрегации инородных фаз и т. д.), представляет интерес не только для выяснения закономерностей рассеяния излучений искаженной решеткой, но и служит основой для разработки практических методов определения количественных характеристик, описывающих отклонение реальной структуры от идеальной. С помощью таких усредненных по облучаемому объему параметров можно давать

количественные интегральные оценки структурного совершенства того или иного образца, что представляет интерес не только для физиков-экспериментаторов, но и для технологов.

А.М. Елистратов и О.Н. Ефимов. [1] впервые предложили ввести интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ), которые являются весьма чувствительными к слабым искажениям структуры кристалла вследствие образования внутри него блоховских волновых полей, амплитуды которых модулированы трехмерной периодичностью среды. Первая из них,  $\mu_i$ , представляет собой интерференционный коэффициент поглощения (ИКП), зависящий от мнимой части структурного фактора  $F_{ih}$ . Вторая,  $u_i$ , определяется, в основном, действительной частью  $F_{rh}$ . С помощью интегральных характеристик в ряде случаев можно было экспериментально определить средние эффективные структурные факторы для реальных кристаллов с различными типами структурных дефектов [2—12]. А.М. и О.Н. Ефимов [1], а вслед за ними и другие авторы [6—10, 13, 14] успешно использовали указанные характеристики не только для описания динамического рассеяния рентгеновских лучей такими технически важными кристаллами, как германий, кремний, арсенид галлия, но и применили указанный метод при исследовании других материалов. В [15, 16] этот метод был обобщен на случаи несимметричного Лауэ-отражения и кристалла без центра инверсии. Было также показано, что интегральные характеристики АПРЛ сохраняют физический смысл в широком интервале длин волн, включая область вблизи К-края поглощения вещества [17, 18].

Интегральные характеристики  $\mu_i$  и  $u_i$  не утратили значения и в настоящее время, однако при дальнейшем развитии динамической теории рассеяния рентгеновских лучей искаженными кристаллами было показано, что они, в свою очередь, зависят от других параметров, которые описывают как особенности рассеяния рентгеновского излучения, так и степень отклонения реальной структуры от идеальной. Ими являются часть ИКП  $\mu_{ds}$ ,

описывающая поглощение за счет диффузного рассеяния, возникающего на искажениях решетки вокруг дефектов (экстинкция), и средний статический фактор Дебая — Валлера  $L$ , через который может быть выражен эффективный структурный фактор  $\bar{F}^{eff}$  реального образца:

$$\bar{F}_{rh}^{eff} = F_{rh}^{id} e^{-L} \quad (5.1)$$

где  $F_{rh}^{id}$  — структурный фактор идеальной решетки. Таким образом, на современном этапе исследований реальной структуры нельзя признать достаточным только определение характеристик  $\mu_i$  и  $y_i$ . Нужно знать также параметры  $L$  и  $\mu_{ds}$ , которые более адекватно характеризуют степень отклонения реальной структуры от идеальной.

Измеряемой величиной при экспериментальном изучении реальной структуры кристалла является интегральная интенсивность рассеяния, аналитическое выражение для которой в динамической теории рассеяния получается интегрированием дифференциальной функции, описывающей интенсивность волновых полей в кристалле, по всей области интерференции. В случае симметричной дифракции в совершенных кристаллах с центром инверсии такая функция, соответствующая Лауэ-отраженному пучку, согласно [19]

$$\begin{aligned} R(\eta) = & 0,25(1 + \eta^2)^{-1} \left\{ \exp \left[ -\frac{\mu_0 t}{\cos \theta} \left( 1 + \frac{P \epsilon_0 e^{-M}}{(1 + \eta^2)^{1/2}} \right) \right] + \right. \\ & \left. + \exp \left[ -\frac{\mu_0 t}{\cos \theta} \left( \frac{P \epsilon_0 e^{-M}}{(1 + \eta^2)^{1/2}} \right) \right] - \right. \\ & \left. - 2 \exp \left( -\frac{\mu_0 t}{\cos \theta} \right) \cos \left[ 2\Phi (1 + \eta^2)^{1/2} \right] \right\}. \end{aligned} \quad (5.2)$$

Здесь  $\eta^2 = (\theta - \theta_B) \sin 2\theta_B$  |  $P$  |  $\chi_{rh}$  — отклонение направления падающей на кристалл плоской волны от направления, соответ-

вующего углу  $\theta_B$ ;  $\varepsilon_0 = \chi_{ih} / \chi_{i0}$  — отношение мнимых частей коэффициентов Фурье поляризуемости  $\chi$  кристалла, а  $\chi_{rh}$  — действительная часть этого коэффициента;  $P$  — поляризационный множитель, равный единице или  $\cos 2\theta_B$ ;  $t$  — толщина кристалла;  $\mu_0$  — нормальный коэффициент фотоэлектрического поглощения;  $M$  — температурный фактор Дебая — Валлера;  $\Phi$  — величина, пропорциональная обратной экстинкционной длине кристалла. Первый и второй члены в (5.2) описывают интенсивность сильно и слабо поглощающихся волновых мод, соответственно, а последний член — интерференционные биения между ними с периодом, равным экстинкционной длине.

Ограничиваясь вторым членом в (5.2), что соответствует приближению толстого кристалла, и выполняя интегрирование по  $\eta$ , можно получить выражение для интегральной интенсивности рассеяния при АПРЛ в форме Като [20,21]:

$$R_i = \int_{-\infty}^{+\infty} R(\eta) d\eta = \frac{P |\chi_{rh}| e^{-M}}{\sin 2\theta} \left( \frac{\pi}{8h} \right)^{1/2} \times \exp \left[ -\frac{\mu_0 t}{\cos \theta} (1 - \varepsilon_0 P e^{-M}) \right] \times \left[ 1 + \frac{1}{8h} + \frac{9}{2(8h)^2} + \dots \right], \quad (5.3)$$

где  $h = \mu_0 t P \varepsilon_0 / \cos \theta$ .

Легко видеть, что  $R_i$  зависит как от действительной,  $F_{rh}$ , так и от мнимой части структурного фактора  $F_{ih}$ , поскольку

$$\chi_{rh} = -e^2 F_{rh} / \pi m v^2 V_c, \quad \chi_{ih} = -e^2 F_{ih} / \pi m v^2 V_c, \quad (5.4)$$

где  $e$  и  $m$  — соответственно заряд и масса электрона;  $v$  — частота излучения;  $V_c$  — объем элементарной ячейки.

При  $h > 6$   $\ln R_i$  с точностью до 2% является линейной функцией  $t$  при условии введения поправки на фактор  $0,5 \ln(t/\lambda)$ , который возникает вследствие зависимости предэкспоненциального множителя от  $t$ . Параметрами таким образом исправ-

ленной функции  $\ln R_i = f(t)$  являются интегральные характеристики Елистратова — Ефимова:

$$\mu_i = \frac{\mu_0}{\cos \theta} (1 - P \epsilon_0 e^{-M}), \quad (5.5)$$

$$y_i = \ln |\chi_{rh}| e^{-M} - \frac{1}{2} \ln |\chi_{ih}| + \ln \frac{P \sqrt{\cos \theta}}{4 \sin \theta}. \quad (5.5')$$

Формулу для интегральной интенсивности дифракционной линии при АПРЛ в реальных кристаллах можно получить, преобразовав (5.3) с учетом результатов, полученных при дальнейшем развитии динамической теории рассеяния излучений искаженными кристаллами [22]. В соответствии с этими результатами необходимо принимать во внимание потери энергии при АПРЛ за счет диффузного рассеяния на статических и динамических искажениях решетки  $\mu_{ds}$  (экстинкция). При их учете

$$\mu_i = \frac{\mu_0}{\cos \theta} (1 - P \epsilon_0^{-M} e^{-L}) + \mu_{ds} \frac{1}{\cos \theta}. \quad (5.6)$$

Первый член в этой формуле описывает потерю энергии за счет фотоэлектрического поглощения  $\mu_{ph}$  в искаженной решетке, второй — за счет диффузного рассеяния. Кроме того, необходимо также с помощью статического фактора  $L$  учесть влияние дефектов на действительную часть  $F_{rh}$  в предэкспоненциальном множителе (5.3).

Значения  $\mu_{ds}$  и  $L$  могут быть рассчитаны теоретически в каждом конкретном случае с учетом закономерностей распределения полей деформаций вокруг дефектов. В качестве примера можно привести формулы Дедерихса для  $\mu_{ds}$  в кристаллах, содержащих дислокационные петли (П) или кластеры (К), соответственно:

$$\mu_{ds}^{\text{П}} = cJ(\lambda, h) n_{\text{П}} \ln \left( \frac{\Lambda}{R_{loop}} \right) \left[ \frac{8}{15} + \frac{1}{15} \left( \frac{2v^2 + 6v - 1}{(1-v)^2} \right) \cos^2 \theta_B \right], \quad (5.7)$$

$$\mu_{ds}^{\text{К}} = cJ(\lambda, h) n_{\text{К}} \ln \left( \frac{\Lambda}{R_{cl}} \right) \left( \frac{4\pi z}{V_c} \cos \theta_B \right)^2, \quad (5.8)$$

где  $J(\lambda, h) = \frac{\pi}{V_c} \left[ \frac{H}{k} \frac{e^2}{mc^2} PF_{rh} \exp(-M_H + L_H) \right]^2$  является функцией

рассеяния, зависящей от вектора обратной решетки  $H=2\pi/d$  и длины волны  $\lambda=1/k$ , а также от других параметров, характеризующих рассеяние;  $c$  — концентрация точечных дефектов в решетке;  $n_{\Pi}$  и  $n_{\text{К}}$  — соответственно, концентрация петель и кластеров;  $\Lambda=\lambda\cos\theta_B/P|\chi_{rh}|$  — экстинкционная длина кристалла для заданного излучения  $\lambda$ ;  $\nu$  — коэффициент Пуассона,  $z=\Delta V(1+\nu)/12\pi(1-\nu)$  связано с изменением объема  $\Delta V$ , обусловленным введением точечного дефекта. Наиболее существенное различие формул (5.7) и (5.8) заключается в разной зависимости их от  $\cos^2\theta_B$ , а также от характеристик полей смещений вокруг петель и кластеров. Это обстоятельство, как будет показано далее (параграф 5.10), может быть использовано для определения природы дефектов (петель или кластеров) путем изучения угловой зависимости  $\mu_{ds}$ .

Статический фактор Дебая — Валлера для кристаллов, содержащих, соответственно, петли и кластеры записывается в виде

$$L_{\Pi} = \frac{n_{\Pi} R_{\Pi}^3 (Hb)^{3/2}}{2V_c}, \quad (5.9)$$

$$L_{\text{К}} = \frac{H^2}{6} c \left( \frac{4\pi z^2}{V_c} \right) n_{\text{К}}. \quad (5.10)$$

Следует обратить внимание на то, что зависимости  $L_{\Pi}$  и  $L_{\text{К}}$  от порядка отражения  $H$  различны, что может быть также использовано для определения типа доминирующих дефектов при изучении рассеяния излучения реальным кристаллом.

Используя изложенные результаты теории Дедедрихса, можно получить выражения для характеристик  $\mu'_i$  и  $\nu'_i$  реального кристалла. Первая из них может быть записана в виде (5.6), а



вторая получается непосредственно из (5.5') введением статического фактора  $L$ :

$$y_i^r = \ln|\chi_{rh}| e^{-M} e^{-L} - \frac{1}{2} \ln|\chi_{ih}| + \ln \frac{P\sqrt{\cos\theta}}{4 \sin\theta}. \quad (5.11)$$

Необходимо при этом сделать оговорку, что  $\mu_i^r$  и  $y_i^r$  будут иметь смысл только в случаях, когда для реального кристалла сохраняется линейность зависимости  $\ln R_i = f(t)$ .

Кратко остановимся на методах измерения интегральных характеристик, поскольку с помощью последних были получены первые результаты при изучении степени совершенства реальной структуры. Для исследования обычно используется двукристалльный спектрометр в положении Брэгг — Лауэ. Интегральная интенсивность дифракционной линии при АПРЛ измеряется как функция толщины кристалла. Экспериментальная зависимость  $\ln R_i = f(t)$  затем исправляется на величину  $0,5 \ln(t/\lambda)$ , после чего методом наименьших квадратов вычисляются параметры  $\mu_i$  и  $y_i$ . Детали экспериментальной методики описаны в [1, 16].

Необходимость введения двух интегральных характеристик для описания в общем случае АПРЛ в искаженных кристаллах была обоснована в работах [1—4]. Справедливость этого утверждения можно проиллюстрировать с помощью схематического изображения функции  $\ln R_i = \mu_i t + y_i$  для идеального и искаженного кристаллов (рис.5.1). Если использовать только одну характеристику — ИКП, представляющую собой тангенс угла наклона функции  $\ln R_i = f(t)$  к оси абсцисс, то наблюдающиеся на опыте изменения  $R_i$  для реального кристалла по сравнению с  $R_i$  для идеального кристалла объяснить нельзя. Если же измерения проводятся на образце фиксированной толщины [23—25], непротиворечивые результаты получаются только в случае, когда возникающие в кристалле дефекты не влияют на действительную часть  $\chi_{rh}$  в (5.3) и отсутствует диффузная компонента рассеяния, входящая в выражение для интенсивности в виде дополнительного слагаемого. Действительно,

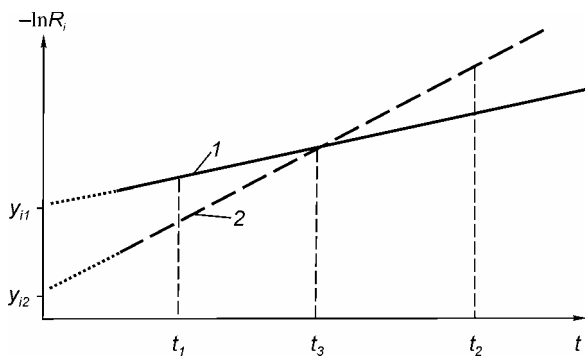


Рис. 5.1. Зависимость  $\ln R_i = f(t)$  для идеального кристалла (1) и для кристалла с дефектами (2)

Эксперименты проводятся на образце толщиной  $t_3$ , то можно вообще не обнаружить структурных изменений, поскольку интенсивности рассеяния при АПРЛ в состояниях 1 и 2 одинаковы.

Параметры  $\mu_{ds}$  и  $L$  не могут быть непосредственно определены ни из толщинной зависимости логарифма интегральной интенсивности дифракционных линий при АПРЛ в реальном кристалле, ни по выражениям для интегральных характеристик (5.6), (5.11), поскольку число независимых уравнений меньше числа искомых величин. Несмотря на эти трудности, можно указать несколько путей определения  $\mu_{ds}$  и  $L$ . Прежде всего, нужно отметить графический метод последовательных приближений экспериментально полученных зависимостей  $\ln R_i^{\text{exp}} = f(t)$  к теоретическим значениям  $R_i^{\text{th}}$  [9], с помощью которого были определены искомые параметры для ряда реальных кристаллов [10, 11]. Этот метод, несмотря на некоторую трудоемкость, в известной мере может быть назван универсальным, поскольку при его использовании не налагаются никакие ограничения на длину волны излучения.

Методы определения  $\mu_{ds}$  и  $L$ , предложенные авторами работ [23 — 26], основаны на подборе таких двух длин волн, для которых влияние двух указанных ранее важнейших механизмов

для образца толщиной  $t_2$  (рис. 5.1) в состоянии 2 наблюдается рост интенсивности по сравнению с идеальным кристаллом, в то время как для образца толщиной  $t_1$  может быть установлен обратный эффект. Если же эксперименты

потерь энергии при АПРЛ в кристалле с дефектами одинаково. В этом случае можно уменьшить число неизвестных величин в системе уравнений типа (5.6), составленной для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . В работах [23,25] предлагается выбрать такие две длины волны, для которых «фотоэлектрические составляющие» поглощения дают приблизительно равные вклады в  $\mu_i$ . Тогда систему уравнений

$$\mu_i^{(1)} = \mu_{ph}^{(1)} + \mu_{ds}^{(1)}, \quad (5.12)$$

$$\mu_i^{(2)} = \mu_{ph}^{(2)} + \mu_{ds}^{(2)},$$

составленную для произвольных  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , с учетом того обстоятельства, что согласно (5.7) и (5.8)  $\mu_{ds}^{(1)} / \mu_{ds}^{(2)} = \lambda_1^2 / \lambda_2^2$ , можно свести к следующей:

$$\mu_i^{(1)} = \mu_{\Phi}^{(1)} + \mu_{ds}^{(1)}, \quad (5.13)$$

$$\mu_i^{(2)} = \mu_{\Phi}^{(1)} + \mu_{ds}^{(1)} \cdot \lambda_1^2 / \lambda_2^2.$$

Такая благоприятная ситуация ( $\mu_{\Phi}^{(1)} \approx \mu_{\Phi}^{(2)}$ ) складывается при исследовании кристаллов Ge и Cu с помощью  $\text{CuK}_{\alpha}$ - и  $\text{MoK}_{\alpha}$ -излучений. Для кристаллов Cu, в частности,  $\mu_{\rho} = 438\text{см}^{-1}$  и  $\mu_{\rho} = 446\text{см}^{-1}$  соответственно для  $\text{MoK}_{\alpha}$ - и  $\text{CuK}_{\alpha}$ -излучений [23]. Экспериментальные значения  $\mu_i$  в работах [23—26] определялись для образца Cu с фиксированной толщиной по соотношению

$$R_i^{\text{exp}} = R_i^{\text{th}} e^{-\mu_i t}, \quad (5.14)$$

где  $R^{\text{exp}}$  и  $R^{\text{th}}$  — соответственно значения измеренных и вычисленных по формуле (5.3) интегральных интенсивностей рассеяния при АПРЛ. Применение такой упрощенной методики определения  $\mu_i$  можно считать оправданным, например, при изучении влияния на динамическое рассеяние рентгеновских лучей радиационных дефектов, протяженность полей деформации которых меньше экстинкционной длины кристалла. В других же

случаях нужно учитывать возможность появления диффузной составляющей интенсивности [27—30].

## 5.2 Скачки интенсивности вблизи К-краев поглощения при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей

Экспериментальная методика, развитая в работах [31—33], заключается в выборе таких длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , для которых потери энергии за счет диффузного рассеяния на искажениях решетки одинаковы. С этой целью предлагается использовать волны  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  непрерывного спектра, расположенные симметрично относительно  $\lambda_K$  — длины волны К-края поглощения вещества. Используя свойства аномальной дисперсии излучения, заключающиеся в равенстве (с точностью до 3—5%) функций атомного рассеяния  $f_{rh}$  для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  [34], на основании (5.7) и (5.8) можно показать, что  $\mu_{ds1} \approx \mu_{ds2}$ . В развитой нами методике исследований анализируются не интегральные отражательные способности при АПРЛ, а логарифм их скачка или отношения,  $R_{i2}/R_{i1}=S$ , измеренного вблизи  $\lambda_K$ , как функция толщины кристалла. Здесь и далее все величины с индексами 1 и 2 относятся, соответственно, к коротковолновой ( $\lambda_1 < \lambda_K$ ) и длинноволновой ( $\lambda_2 > \lambda_K$ ) областям относительно К-края.

Выражение для  $S = R_{i2}/R_{i1}$  может быть легко получено из (5.3), поскольку измерения соответствующих  $R_i$  обычно проводятся вблизи  $\lambda_K$  на расстояниях, равных половине спектрального интервала  $\Delta\lambda$  однокристалльного спектрометра [35] ( $\Delta\lambda \approx 0,004$  нм) и  $\lambda_1 \approx \lambda_2$ ,  $\theta_{B1} \approx \theta_{B2}$ ,  $f_{rh} \approx f_{rh2}$  и  $J_{01} \approx J_{02}$ . Записав (5.3) для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , получим

$$\ln S \equiv \ln(R_{i1}/R_{i2}) = At + B, \quad (5.15)$$

где  $A = \mu_{i1} - \mu_{i2}$ , разность ИКП для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , а  $B = 0,5 \ln(\chi_{ih1}/\chi_{ih2})$ .

К важнейшим свойствам введенной нами функции  $\ln S = At + B$  можно отнести следующие:

1) ее линейность, поскольку при рассмотрении отношений интенсивностей  $R_{i2} / R_{i1}$  сокращается множитель  $0,5 \ln(t/\lambda)$  в предэкспоненциальном факторе (5.3);

2) независимость параметров от действительной части структурного фактора (для отражений с четными индексами  $hkl$ );

3) неизменность параметра  $B$  при варьировании степени нарушения структуры кристалла, поскольку статический фактор  $L$ , через который выражается  $\chi_{ih}$  искаженного дефектами образца, не зависит, согласно (5.9), (5.10), от  $\lambda$ ;

4) рост разности ИКП  $A$  по мере увеличения степени искажения решетки, поскольку приросты фотоэлектрической ( $\Phi$ ) части ИКП в искаженном (нес) кристалле по сравнению с этой величиной для идеального (с) кристалла

$$\Delta \mu_i^\Phi = \mu_i^{\text{нес}} - \mu_i^c = \frac{\mu_0 \epsilon_0 e^{-M}}{\cos \theta_B} (e^{-L} - 1) \quad (5.16)$$

не равны для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  вследствие различия  $\mu_{01} \epsilon_{01}$  и  $\mu_{02} \epsilon_{02}$ ;

5) неизменность исходного значения параметра  $A$  при невысоком уровне искажений решетки кристалла ( $e^{-L} \approx 1$ ) и интенсивном кластерообразовании, вызывающем увеличение экстинкции ( $\mu_{ds1} \approx \mu_{ds2}$ ), а также одновременный рост каждого из ИКП за счет  $\mu^\Phi$  на одинаковое значение.

Интересным свойством функции  $\ln S = f(t)$  является ее независимость от коэффициента экстинкции  $\mu_{ds}$ , в результате чего все изменения параметра  $A$  для искаженного кристалла связаны только с варьированием значения фотоэлектрического поглощения. Отсюда вытекает возможность определения  $L$ :

$$e^{-L} = \frac{1 - A^{\text{нес}} \gamma_1 \gamma_2 / (\mu_{01} \gamma_2 - \mu_{02} \gamma_1)}{1 - A^c \gamma_1 \gamma_2 / (\mu_{01} \gamma_2 - \mu_{02} \gamma_2)}, \quad (5.17)$$

где  $A^{\text{нec}}$  и  $A^c$  — значения параметра  $A$  соответственно для нарушенного и идеального кристаллов;  $\mu_0$  и  $\gamma$  — нормальный коэффициент фотоэлектрического поглощения и косинус брэгговского угла для соответствующей длины волны. Зная  $L$ , можно определить  $\mu_{ds}$  по формуле (5.6) из  $\mu_{i1}$  или  $\mu_{i2}$ .

Сопоставляя две описанные методики определения параметров  $L$  и  $\mu_{ds}$ , отметим недостатки каждой из них. При измерениях на двух длинах волн характеристического излучения вследствие дискретности спектра не всегда может реализоваться ситуация, когда  $\mu^{\phi 1} \approx \mu^{\phi 2}$ . При измерениях же ИОС для длин волн тормозного спектра вблизи  $\lambda_K$  возникают значительные экспериментальные трудности, связанные с необходимостью устранения влияния кратных гармоник без существенных потерь полезной интенсивности.

### **5.3. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на тепловых колебаниях решетки вблизи К-края поглощения германия**

В качестве объекта исследований были выбраны тепловые колебания решетки (фононы), влияние которых на эффект Бормана учитывается, как известно, с помощью фактора Дебая — Валлера  $\exp(-M)$ . Кроме того, взаимодействие волновых полей с фононами в кристаллах Ge сопровождается тепловым диффузным рассеянием (ТДР), механизм которого заключается в неупругом рассеянии рентгеновских лучей на фононах. Согласно теории А.М. Афанасьева и Ю. Кагана добавка ИКП, обусловленная ТДР, так же, как и в случае ДР на статических искажениях решетки, зависит только от  $f_r$  [36]. Таким образом, получение разумного значения фактора  $\exp(-M)$  или дебаевской температуры  $\Theta$  методом скачков интенсивности дало бы основание считать, что и множитель типа  $\exp(-L)$ , описывающий статические искажения, может быть определен с той же кор-

ректностью при анализе зависимости  $\ln S = At + B$ . По нашему мнению, это обстоятельство могло бы служить дополнительным доказательством достоверности полученных далее данных о динамическом рассеянии в кристаллах с дефектами типа кластеров и дислокационных петель.

Исследования 220 Лауэ-рефлексов для длин волн  $\lambda_1 = 0,1094$  нм и  $\lambda_2 = 0,1139$  нм тормозного спектра проводились в температурном интервале  $\Delta T = 120 \div 424$  К на бездислокационных монокристаллах Ge с малым содержанием примесей ( $\rho = 40$  Ом·см). Для измерений интенсивностей использовался дифрактометр, работающий в режиме ОКС. Были сконструированы и изготовлены специальный вакуумный криостат с лавсановыми окнами и массивная гониометрическая головка, которая позволяла юстировать образец вместе с криостатом до получения максимально возможной интенсивности. В процессе измерения интенсивностей температура образца контролировалась медь-константановой термопарой.

Известно, что на интенсивность аномального прохождения существенное влияние оказывают термоградиенты, которые неизбежно возникают при температурных исследованиях [37, 38]. Поэтому конструкция криостата была разработана с целью максимального уменьшения возможных термоградиентов и особенно градиента, перпендикулярного отражающим плоскостям. Так как измерения во всем температурном интервале проводились при одном и том же положении образца без извлечения его из криостата, то при изменении температуры  $T$  возможна деформация кристалла, обусловленная различными коэффициентами теплового расширения образца и держателя. Для предупреждения этого явления был применен скользящий зажим образца. Поскольку в вакуумной системе криостата при комнатной температуре заведомо отсутствовали термоградиенты, то измерения при этой температуре служили эталоном достоверного значения интенсивностей.

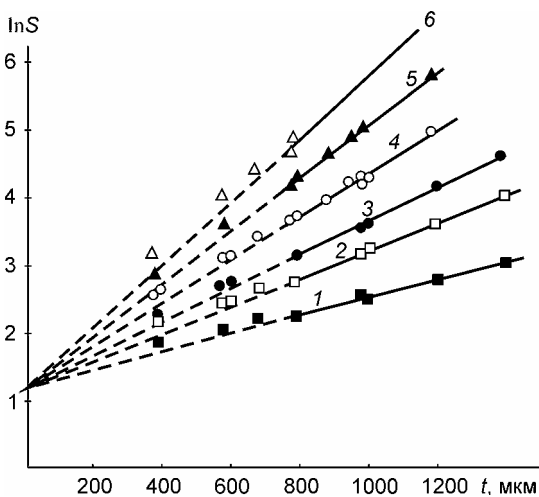


Рис. 5.2. Функции  $\ln S = At + B$ , построенные для различных температур  $T$ : 1 — 120 К; 2 — 190 К; 3 — 233 К; 4 — 298 К; 5 — 368 К; 6 — 424 К

Остановимся на методике обработки результатов измерения. Прежде всего, каждое экспериментальное значение интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  корректировалось на величину фона, после чего вычислялось значение  $\ln S$ . Параметры  $A$  и  $B$  вычислялись методом наименьших квадратов. Исследуемый толщинный интервал для  $i_2$  при этом обычно ограничивается в области малых  $t$  (порядка 800 мкм) влиянием волнового поля, поляризованного в плоскости рассеяния [33]. Поэтому такие точки при обработке результатов не использовались. Толщинный интервал для  $i_1$  ограничен со стороны больших  $t$  малыми значениями интенсивности, сравнимыми с фоном. Это обстоятельство затрудняет измерения, особенно для сильно нарушенных кристаллов (высокие температуры). Чтобы получить в указанной области толщин надежные значения  $S$ , в настоящей работе использовался также и новый методический прием. Суть его заключается в том, что сначала по методу наименьших квадратов обрабатываются зависимости  $\ln i_1 = f_1(t)$  и  $\ln i_2 = f_2(t)$ , а затем определяется их разность, что дает возможность повысить точность построения искомой функции  $\ln S = At + B$ . Именно таким способом была получена прямая, соответствующая температуре 424 К (рис. 5.2). Новый способ обработки результатов измерений значительно расширяет используемый толщинный интервал для  $i_2$  в область малых, а для  $i_1$  — в область больших тол-



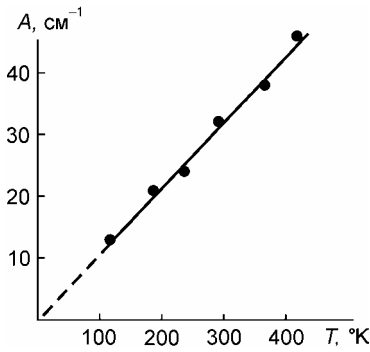


Рис. 5.3. Зависимость параметра  $A$  от температу-

метра  $A(T)$  (5.18), в которую входит эффективная величина  $\epsilon_{0\text{eff}}$ , связанная с  $\epsilon_{01}$  и  $\epsilon_{02}$ :

$$A = \mu_{i1} - \mu_{i2} = \frac{\mu_{01}}{\gamma_1} (1 - \epsilon_{01} e^{-M}) - \frac{\mu_{02}}{\gamma_2} (1 - \epsilon_{02} e^{-M}) \approx$$

$$\approx \frac{\mu_{01} - \mu_{02}}{\gamma} \left( 1 - \frac{\mu_{01} \epsilon_{01} - \mu_{02} \epsilon_{02}}{\mu_{01} - \mu_{02}} \cdot e^{-M} \right) = \frac{\mu_{01} - \mu_{02}}{\gamma} (1 - \epsilon_{0\text{eff}} e^{-M}). \quad (5.18)$$

Авторам данной монографии не были известны работы, в которых были бы экспериментально определены  $\epsilon_{01}$  и  $\epsilon_{02}$ . Можно было бы вычислить  $\epsilon_{01}$  и  $\epsilon_{02}$  по результатам измерений  $\mu_i$  и  $\mu_0$  в [38], используя  $\Theta_D$  для Ge, полученную другими авторами, но, к сожалению, экспериментальная зависимость  $(1 - \mu_i / \mu_0) = \epsilon_0 e^{-M}$  от длины волны в указанной работе характеризуется слишком большим разбросом точек. Кроме того, необходимо учесть также то обстоятельство, что  $\epsilon_0$  зависит и от скрытых дефектов, которые присущи даже бездислокационным кристаллам высокой чистоты. Поэтому параметр  $\epsilon_{0\text{eff}}$  также должен быть определен из системы уравнений типа (5.18), записанных для каждой из температур, при которых производились измерения интенсивностей. Если считать температуру  $\Theta_D$  в исследуе-

щин. Для иллюстрации идентичности результатов обработки измерений по двум методам приведена зависимость параметра  $A$  от температуры (рис. 5.3). Как видно из рис. 5.3, точка, соответствующая температуре 424К, и полученная новым методом, хорошо укладываются на зависимость  $A=f(T)$ .

Для определения температуры Дебая  $\Theta_D$  германия использовалась температурная зависимость пара-

мом температурном интервале постоянной, что дает ошибку менее чем 1,5К [39], то шести уравнений типа (5.18) достаточно не только для определения  $\Theta_D$  и  $\epsilon_{0\text{eff}}$ , но и для оценки погрешности эксперимента. При составлении системы уравнений фактор Дебая — Валлера вычислялся из известного соотношения:

$$M = \frac{3}{2} \cdot \frac{h^2}{mkd^2} \frac{T}{\Theta_D^2} \left[ \frac{1}{4} \frac{\Theta_D}{T} + \frac{T}{\Theta_D} \int_0^{\Theta_D/T} \frac{y dy}{e^y - 1} \right], \quad (5.19)$$

где  $h$  — постоянная Планка;  $k$  — постоянная Больцмана;  $m$  — масса атома;  $d$  — межплоскостное расстояние.

Постоянная решетки  $a$ , при этом принималась равной  $5,657 \cdot 10^{-8}$  см. В уравнения типа (5.18) входят коэффициенты нормального поглощения, значения которых были приняты следующими:  $\mu_{01} = 1098 \text{ см}^{-1}$  и  $\mu_{02} = 153,5 \text{ см}^{-1}$  [18]. Составленная таким образом система из шести уравнений решалась графически путем построения зависимостей  $\epsilon_{0\text{eff}} = f(\Theta_D)$ , имеющих, естественно, чисто формальный характер. Неточность построения графиков была значительно меньше разбросов экспериментальных значений  $\epsilon_{0\text{eff}}$  и  $\Theta_D$ .

Результаты измерений температурных зависимостей ИИ приведены на рис. 5.2 Видно, что по мере повышения температуры образца увеличивается наклон прямых  $\ln S = At + B$ , хотя все они в пределах экспериментальных ошибок сходятся в одной точке на оси ординат. Значения параметров  $A$  и  $B$ , вычисленные по методу наименьших квадратов, приведены в табл. 5.1, из которой следует, что в пределах ошибок эксперимента параметр  $B$  в интервале температур 120 — 424 К практически не изменяется. Таким образом, можно считать установленным факт, что в отсутствие заметного диффузного рассеяния на статических искажениях в кристалле параметр  $B$  постоянен. Этот результат не противоречит факту неизменности интегральной характеристики рассеяния  $y_i$  при изменении температуры [38].

Значения разности ИКП  $A$ , приведенные в табл.5.1, были использованы для определения  $\epsilon_{0\text{eff}}$  и  $\Theta_{\text{д}}$  с помощью описанного графического метода. Средние величины  $\epsilon_{0\text{eff}}$  и  $\Theta_{\text{д}}$  были следующими:

$$\epsilon_{0\text{eff}} = 1,0030 \pm 0,0004; \Theta_{\text{д}} = (294 \pm 2) \text{К}.$$

Значение  $\epsilon_{0\text{eff}} = 1,0030$  получено экспериментально впервые, и оно позволяет только отметить разумный порядок этой величины.

**Таблица 5.1**

*Зависимость параметров  $A$  и  $B$  от температуры  $T$ .*

$T, \text{К}$	$A, \text{см}^{-1}$	$B$	$T, \text{К}$	$A, \text{см}^{-1}$	$B$
120	12,8	1,12	298	31,3	1,16
190	20,1	1,15	368	38,0	1,21
233	23,9	1,21	424	45,3	1,16

*Примечание. Погрешность измерений  $\Delta A = \pm 0,6 \text{ см}^{-1}$ ;  $\Delta B = \pm 0,6$ .*

Что касается температуры Дебая  $\Theta_{\text{д}}$ , то ее значения хорошо согласуются с опубликованными теоретическими (296 К) [38] и экспериментальными данными других авторов: (290±5) К [38]; 293 К [39]; (283±3) К [40]; (289,9±0,9) К [42]. Поскольку поправки к ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , обусловленные ТДР и комптоновским рассеянием, в настоящих исследованиях не учитывались, факт хорошего согласования полученного нами значения  $\Theta_{\text{д}}$  с литературными данными является свидетельством одинакового значения указанных поправок в длинноволновой и коротковолновой областях длин волн вблизи К-края поглощения Ge. Если упомянутое допущение справедливо, что подтверждается существующими теориями, то это означает, что ТДР не зависит от мнимой части функции атомного рассеяния  $f_i$ , изменяющейся скачкообразно в области К-края. Таким образом, поправки на ТДР и комптоновское рассеяние при построении функций  $\ln S = At + B$  вводятся автоматически, что является большим преимуществом методики измерения отношения интенсивностей излучений на двух длинах волн вблизи К-края поглощения по

сравнению с исследованием интенсивности характеристического излучения на одной длине волны.

Из хорошего совпадения значения  $\Theta_d$ , определенного методом скачков интенсивностей [43], со значениями  $\Theta_d$ , полученными другими рентгеновскими методами, помимо информации о важном, но частном вопросе о термодиффузных и комптоновских добавках к ИКП, следует и другой, более общий вывод — о применимости метода скачков интенсивностей для определения множителя  $\exp(-M)$ . Поскольку влияние статических искажений решетки дефектами на интерференционное прохождение рентгеновских лучей учитывается с помощью множителя  $\exp(-L)$  [44, 46], подобного фактору Дебая — Валлера, то результаты, полученные в настоящих исследованиях, дают основание считать, что методика скачков интенсивностей обеспечивает получение достоверной информации также и о степени совершенства кристаллов, искаженных структурными дефектами различных видов.

#### **5.4 Влияние фоонов на аномальную дисперсию рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения в кристаллах антимонида индия**

Влияние температуры  $T$  на динамическое рассеяние рентгеновских лучей (ДРРЛ), как было показано на примере германия, описывается фактором Дебая — Валлера  $M$ , который связан со средним квадратом тепловых смещений  $\langle u_s^2 \rangle = \langle u^2 \rangle / 3$  и, следовательно, с температурой Дебая  $\Theta_d$ , т. е. параметрами, определяемыми энергией и характером межатомных связей [34, 46].

Существующие рентгенодифракционные методы измерения  $\Theta_d$  не дают возможности прямого определения его значений для каждой из подрешеток сложных соединений с достаточной точностью вследствие неоднозначности учета поправок на ТДР [41]. В связи с этим для решения этой задачи был разработан и апро-

бирова́н метод, свободный от указанного выше недостатка, для определения дебаевской температуры  $\Theta_D$  и  $\langle u_s^2 \rangle$  для каждой из подрешеток сложных полупроводниковых соединений [47]. Для структурных отражений в кристаллах стехиометрического состава при аномальном прохождении рентгеновских лучей (АПРЛ) и без учета термодиффузного рассеяния интерференционный коэффициент поглощения (ИКП)  $\mu_i(h)$  можно представить согласно [48] в виде

$$\mu_i(h) = \frac{\mu_A}{\cos \theta} = \left[ 1 - P \varepsilon_A(h) e^{-M_1^A(h)} \right] + \frac{\mu_B}{\cos \theta} \left[ 1 - P \varepsilon_B(h) e^{-M_2^B(h)} \right], \quad (5.20)$$

где  $\mu_A$  и  $\mu_B$  — нормальные коэффициенты фотоэлектрического поглощения компонентов  $A$  и  $B$ , соответственно;  $\theta$  — угол Брэгга;  $P$  — поляризационный множитель;  $\varepsilon_A(h)$ ,  $\varepsilon_B(h)$  — коэффициенты локальности поглощения волновых полей соответственно для атомов  $A$  и  $B$ ;  $M_1^A$  и  $M_2^B$  — температурные факторы Дебая — Валлера для атомов  $A$  на занимаемой ими при полном порядке подрешетке 1 и для атомов  $B$  на подрешетке 2, соответственно;  $\vec{h}$  — вектор рассеяния структурного отражения.

Учитывая тот факт, что  $(1 - \varepsilon) \ll 1$ , а также что  $M_1^A$  и  $M_2^B \ll 1$  (невысокие температуры,  $T \sim 2\Theta_D$ ), в случае  $P = 1$  из формулы (1) получаем

$$\mu_i(h) \cos \theta = \mu_A M_1^A(h) + \mu_B M_2^B(h). \quad (5.21)$$

Таким образом, в этом случае эффективный ИКП соединения зависит только от значений нормальных коэффициентов поглощения каждого из компонентов и соответствующих факторов Дебая — Валлера.

Рассмотрение же толщинных зависимостей интегральных интенсивностей (ИИ) при АПРЛ для двух близких значений длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , расположенных симметрично относительно К-края поглощения ( $\lambda_K$ ) одного из компонентов соединения, в принципе могло бы позволить при использовании для каждой

из этих длин волн формулы (5.21) определить отдельно  $M_1^A$  и  $M_2^B$ . Однако практическая реализация указанной возможности существенно осложняется в таком случае необходимостью учета в формулах (5.20) и (5.21) поправок, связанных с эффективным поглощением, обусловленным тепловым диффузным рассеянием на фонах. Упомянутая трудность устраняется при использовании описанной выше экспериментальной методики, основанной на измерениях толщинных зависимостей логарифмов отношения  $S = i_2 / i_1$  ИИ для двух длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . В таком подходе, как и при исследовании Ge в параграфе 5.3, используются свойства аномальной дисперсии, заключающиеся в равенстве (с точностью до 3 %) функции атомного рассеяния  $f_{rh}$  для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . Исходя из того, что  $\mu_{TDS}$  пропорционально  $f_{rh}^2$  на основании [36], можно записать  $\mu_{TDS_1} \approx \mu_{TDS_2}$ . Выражение для тангенса угла наклона  $A$  графика такой толщинной зависимости в рассматриваемом выше случае имеет вид

$$A^\alpha(h) = \Delta\mu_A \frac{1}{\cos\theta} M_1^A(h) \delta_{\alpha,A} + \Delta\mu_B \frac{1}{\cos\theta} M_2^B(h) \delta_{\alpha,B}, \quad (5.22)$$

где  $\Delta\mu_A$  и  $\Delta\mu_B$  — скачки нормальных коэффициентов фотоэлектрического поглощения, соответственно, для компонентов  $A$  и  $B$  вблизи их К-краев;  $\delta$  — символ Кронекера; индекс  $\alpha$  параметра  $A^\alpha(h)$  равен  $A$  или  $B$ , если исследуемый скачок вблизи К-края атомов сорта  $A$  или  $B$ , соответственно. В каждом из этих случаев в формуле (5.22) фактически остается отличным от нуля только одно слагаемое, что и позволяет отдельно определить параметры  $M_1^A$  и  $M_2^B$ .

Измерение ИИ проводилось на ОКС вблизи К-краев поглощения In и Sb по методике, описанной в [32]. Температурные измерения проводились как и в опытах с Ge (см. параграф 5.3). Структурное совершенство образцов контролировалось методами рентгеновской топографии. Исследуемый интервал толщин составлял 375—3080 мкм. Для повышения точности опре-

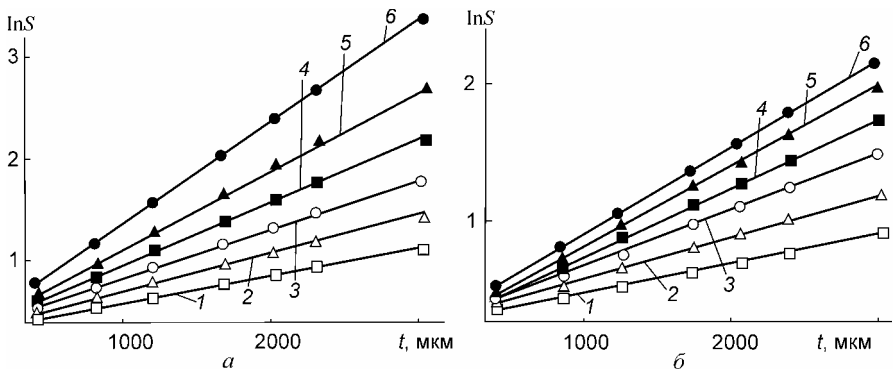


Рис.5.4. Зависимость  $\ln S=f(t)$  для ряда температур  $T$  вблизи К-краев поглощения In (а) и Sb (б) соединения InSb: 1 — 122 К; 2 — 196 К; 3 — 240 К; 4 — 298 К; 5 — 346 К; 6 — 400 К

деления  $\Theta_d$  и  $\langle u_s^2 \rangle$  измерения проводились при шести фиксированных температурах. В этом температурном интервале влияние ангармонизма колебаний решетки можно считать малым. Температура поддерживалась с точностью не хуже  $\pm 2$  К. В работе использовалось симметричное отражение 220 при (111) входной поверхности образцов. Проверка отсутствия влияния термоградиентов и механических деформаций на интенсивность АПРЛ проводилась с использованием рефлексов 220 и  $\overline{220}$ . Нормальные коэффициенты фотоэлектрического поглощения были определены в независимом эксперименте.

Экспериментальные зависимости  $\ln S=f(t)$  для шести указанных температур, измеренные при Лауэ-дифракции вблизи К-краев поглощения In и Sb (рис. 5.4), носят линейный характер, несмотря на наличие вкладов в ИИ волновых полей с различными состояниями поляризации. Это обусловлено малостью отклонения  $\cos 2\theta$  ( $\theta$  — угол Брэгга) от единицы, которая позволяет значительно упростить формулы для ИИ, учитывающие оба состояния поляризации и имеющие следующий вид:

$$I = \frac{I_0}{2} \left\{ \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} (1 - \varepsilon e^{-M}) + y_i \right] + \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} (1 - \cos 2\theta \varepsilon e^{-M}) + y_i \cos 2\theta \right] \right\}, \quad (5.23)$$

где  $y_i$  — содержит множители интенсивности, зависящие от действительной части структурного фактора (5.11). Ограничиваясь первым приближением разложения формулы (5.23) по малому параметру  $\beta = (1 - \cos 2\theta)$  и проводя несложные преобразования, получаем

$$I = I_0 \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} + \left( \frac{\mu t}{\gamma} \varepsilon e^{-M} + y_i \right) \left( 1 - \frac{\beta}{2} \right) \right]. \quad (5.24)$$

В дальнейшем для обработки экспериментальных результатов использовались эти уточненные, по сравнению с (5.21), (5.22), формулы для ИИ (5.24).

Линейность зависимостей  $A_i = f(T)$ , приведенных на рис. 5.5, свидетельствует о том, что в данном температурном интервале

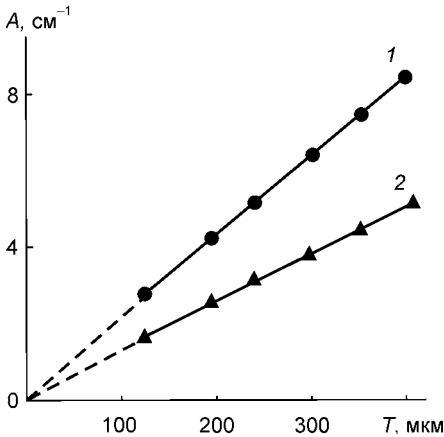


Рис. 5.5. Зависимость коэффициентов  $A_i$  от температуры  $T$  для атомов In (1) и Sb (2)

$\Theta_D$  имеет практически постоянное значение. Полученные в этих экспериментах значения дебаевских температур и среднеквадратичных смещений составляют:  $\Theta_D = 159 \pm 3$  К,  $\Theta_D = 150 \pm 3$  К и  $\langle u_s^2 \rangle = 1,44 \cdot 10^{-4}$  нм<sup>2</sup>,  $\langle u_s^2 \rangle = 1,72 \cdot 10^{-4}$  нм<sup>2</sup> при  $T = 300$  К для подрешеток Sb и In, соответственно.

Поправки на термодиффузное рассеяние могут существенно влиять на определяемые экспериментально параметры [41]. Однако трудность экспериментального определения указанных



поправок заключается в малости этих величин, сравнимых с ошибками экспериментальных измерений. Сделав предположение о линейности зависимости  $\mu_{\text{ТДР}} = f(T)$  аналогичное тому, какое сделано [36,49], мы рассчитали эти добавки для трех длин волн (см. табл.5.2). Анализ полученных данных показывает, что  $\mu_{\text{ТДР}}$  существенно зависит от длины волны, что подтверждает ранее полученные теоретические и экспериментальные результаты. Поскольку ошибка в определении  $A$  не превышала  $0,2 \text{ см}^{-1}$ , то погрешность определения  $\mu_{\text{ТДР}}$  также не может существенно превышать это значение.

**Таблица.5.2**

*Температурные зависимости  $\mu_{\text{ТДР}}$  для разных длин волн*

Т К	$\lambda_K^{\text{In}} = 0.04439 \text{ нм}$		$\lambda_K^{\text{Sb}} = 0.04066 \text{ нм}$		$\lambda_{\text{MoK}\alpha} = 0,071 \text{ нм}$
	$\mu_{\text{ТДР}}^1, \text{см}^{-1}$	$\mu_{\text{ТДР}}^2, \text{см}^{-1}$	$\mu_{\text{ТДР}}^1, \text{см}^{-1}$	$\mu_{\text{ТДР}}^2, \text{см}^{-1}$	$\mu_{\text{ТДР}}^\alpha, \text{см}^{-1}$
122	0,85	0,91	4,1	3,8	0,26
196	0,91	1,08	5,17	4,79	0,32
240	1,09	1,28	5,86	5,43	0,38
298	1,34	1,57	6,63	6,14	0,47
346	1,54	1,8	7,17	6,64	0,54
400	1,77	2,07	7,79	7,21	0,62

*Примечание: Ошибки определения  $\mu_{\text{ТДР}}$  вблизи К-края поглощения  $\lambda_K^{\text{In}}$  равны  $\pm 0,13 \text{ см}^{-1}$ , а вблизи  $\lambda_K^{\text{Sb}}$  —  $\pm 0,2 \text{ см}^{-1}$ .*

Существующие в литературе данные  $\Theta_{\text{Д}}$  для соединения InSb имеют значительный разброс:  $\Theta_{\text{Д}}=103 \text{ К}$  [50] ÷  $\Theta_{\text{Д}}=180 \text{ К}$  [51]. По-видимому, одной из причин такого разброса значений служит отсутствие единой методики учета значений  $\mu_{\text{ТДР}}$ . Несмотря на то обстоятельство, что само понятие дебаевской температуры в сложных кристаллах в некотором смысле носит формальный характер, по-видимому, есть смысл введения «эффектив-

ной» дебаевской температуры для каждой из подрешеток соединения.

Точность определения влияния тепловых колебаний на явление АПРЛ при использовании значений  $\Theta_D$  для каждой подрешетки отдельно значительно повышается по сравнению с использованием значений «эффективной» дебаевской температуры для всей решетки в целом.

Кратко остановимся на преимуществах, которыми обладает данный метод определения  $\Theta_D$ . В отличие от других методов (два типа излучения, несколько рефлексов) измерения в рассматриваемом случае проводились с использованием одной рентгеновской трубки и одного рефлекса. Измерения вблизи К-краев поглощения дали возможность избавиться от трудно учитываемого параметра  $\mu_{TDS}$ , который здесь учитывается автоматически. Это еще раз свидетельствует о перспективности применения сравнительно простой схемы ОКС для измерений  $\Theta_D$  и  $\langle u_s^2 \rangle$ , соответствующих отдельным сортам атомов, без потерь в точности измерений.

Влиянию температуры на интенсивность “полярных”  $hkl$  и  $\overline{hkl}$  отражений в GaAs вблизи К-краев поглощения компонент была посвящена работа японских исследователей [52], где показано согласование расчетных и экспериментальных данных. Авторы приходят к заключению, что полученные ими результаты свидетельствуют о перспективности изучения структурных искажений решетки при анализе дифракционных явлений в области аномальной дисперсии. Отдельная работа этих авторов была посвящена изучению рассеяния вблизи К-края поглощения меди в CuJ [53], веществе, где тепловые колебания решетки велики даже при комнатной температуре.

## **5.5. Изучение структурных искажений, образующихся при распаде твердых растворов As и Li в германии, и их влияние на динамическое рассеяние рентгеновских лучей**

Известно, что распад пересыщенных твердых растворов сопровождается появлением ряда структурных дефектов. В качестве модельных объектов были избраны кристаллы, легированные мышьяком и литием. Рядом авторов было установлено, что отжиг кристаллов Ge, сильно легированных As ( $n > 2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ ), вблизи  $600^\circ\text{C}$  сопровождается распадом пересыщенного твердого раствора, что приводит к изменению электрических параметров образцов, их структурного совершенства, скорости избирательного травления, а также характера пластической деформации [54—58]. С помощью трансмиссионной электронной микроскопии в таких кристаллах обнаружены области с высоким содержанием As [54, 58], а также дислокационные петли, диаметр которых возрастает с увеличением времени отжига [58]. В работах [6, 56] была сделана количественная оценка общей степени структурного совершенства сильно легированных кристаллов. С помощью одно- и двукристалльного спектрометров наблюдалось увеличение интерференционных коэффициентов поглощения (ИКП) рентгеновских лучей для кристаллов, отжигавшихся в интервале температур  $530$  —  $850^\circ\text{C}$ . Структурные изменения таких кристаллов после отжига при  $550^\circ\text{C}$  наблюдались только после истечения значительного времени ( $60$ — $80$  мин), в то время как при более высоких температурах существенные структурные искажения возникают намного быстрее.

Поскольку растворимость As в Ge максимальна при  $870^\circ\text{C}$ , можно ожидать, что структурные дефекты, связанное с процессом распада твердого раствора, образуются в широком температурном интервале. Однако зависимость структурного совершенства Ge, сильно легированного As, от термообработки в широком интервале температур, не была в достаточной степени изучена. В частности, не была исследована кинетика накопле-

ния в кристалле структурных дефектов. Эти вопросы, а также особенности структурных искажений, возникающих при различных режимах термообработки, влияние их на ДРРЛ изучались с помощью анализа поведения дифракции в области аномальной дисперсии.

Для решения поставленных задач применялся комплекс методов исследования: рентгеновская дифрактометрия, топография, металлография, измерение электрических параметров. Все указанные исследования проводились на одних и тех же образцах, приготовленных из слитков I ( $n \approx 3,9 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ ) и II ( $n \approx 3,2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ ). Образцы с наиболее однородным распределением легирующей примеси и дислокаций ( $N_d \approx 1 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ ) вырезались параллельно плоскости (111) с точностью до  $20'$ . Однородность исследуемых образцов контролировалась измерением концентрации основных носителей тока, а также съемкой топограмм по методу Бормана. Термообработка образцов проводилась в вакуумной печи, конструкция которой позволяла за короткое время (примерно 5 с) вводить исследуемый образец в зону нагрева и после отжига сбрасывать его в силиконовое масло, находящееся в вакуумной системе ( $1 \cdot 10^{-3}$  торр). При этом достигалась высокая скорость закалки ( $v_3 \gg 10$  град/с).

Количественная оценка степени структурного совершенства исходных и подвергавшихся отжигу образцов проводилась на ОКС в положении Лауэ-дифракции посредством измерения интенсивности аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ) для отражения  $2\bar{2}0$ . При этом использовалось характеристическое  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение ( $\lambda$ ) рентгеновской трубки в режиме работы  $U=17$  кВ,  $I=8$  мА, а также излучение непрерывного спектра с длинами волн  $\lambda_1=0,1095\text{нм}$  и  $\lambda_2=0,1137\text{нм}$ , близкими к К-краю поглощения Ge ( $\lambda_k = 0,1116\text{нм}$ ). Значения ИКП, а также параметры толщинной зависимости логарифма скачка интенсивности ( $S = i_2/i_1$ ) вблизи К-края поглощения Ge,  $A$  и  $B$ , определялись методом наименьших квадратов.

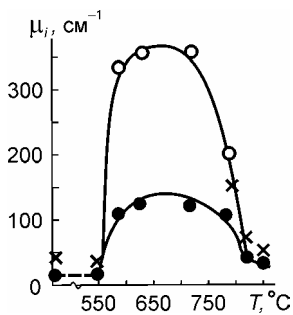


Рис. 5.6. Зависимости ИКП от температуры отжига при продолжительности отжига 30 мин.:  $\circ$  —  $\mu_{i\alpha}$ ,  $\bullet$  —  $\mu_{i2}$ ,  $\times$  —  $\mu_{i1}$

Влияние температуры при фиксированном времени отжига (примерно 0,5 ч) на степень структурного совершенства Ge, сильно легированного As, изучалось на образцах, полученных из слитка I. На рис.5.6 приведены температурные зависимости ИКП  $\mu_{i\alpha}$ ,  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  измеренные для длин волн  $\lambda_\alpha$ ,  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . Из рисунка видно, что отжиг образцов при температурах ниже 550 °С существенно не изменяет ИКП. Поскольку значение ИКП характеризует степень структурного совершенства кристалла, из экспериментально полученных зависимостей  $\mu_i = f(T)$  следует, что в течение отжига при температурах ниже 550 °С структурное совершенство образцов практически не изменяется. Этот факт был подтвержден данными измерений концентрации носителей тока, а также съемкой топограмм после такой термообработки. Отжиг кристаллов при температурах выше 850 °С сопровождается незначительным возрастанием ИКП. Степень структурного совершенства при такой термообработке остается еще достаточно высокой, хотя на топограммах отожженных образцов наблюдается некоторое количество изображений precipitates. Нагрев же образцов в интервале температур 550—850 °С сопровождается уже значительным ростом ИКП  $\mu_i$ . Максимальное значение этой величины наблюдается при отжиге кристаллов в области температур 580—750 °С. В таких кристаллах практически отсутствует АПРЛ, что указывает на возникновение в них значительных структурных нарушений.

Обращает на себя внимание тот факт, что температурные зависимости ИКП для различных длин волн носят подобный характер. Их анализ позволяет выявить следующую важную особенность. Хотя  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  по значению существенно отличаются друг от друга,

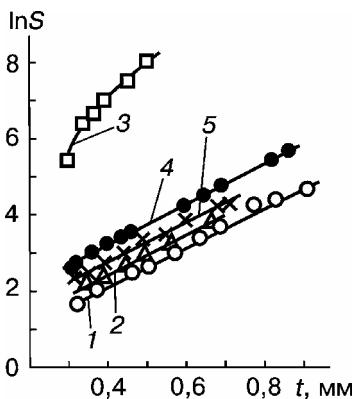


Рис. 5.7. Функции  $\ln S = At + B$  для кристаллов, подвергавшихся отжигу в течение 30 мин при различных температурах: 1 — исходное состояние образцов ; 2 — 550 °С; 3 — 790 °С; 4 — 820 °С; 5 — 850 °С

температурах (рис. 5.7). Из рис. 5.7 следует, что углы наклона линейных участков этой функции к оси абсцисс для исходного образца и образцов, отжигавшихся при температурах 550, 820 и 850 °С, остаются практически неизменными, хотя каждое из значений  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  в отдельности для отожженных образцов несколько увеличилось по сравнению со значениями  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  для исходного образца. Кроме характерного для слабых искажений одинакового прироста  $\Delta\mu_{i1}$  и  $\Delta\mu_{i2}$  и сохранения неизменным параметра  $A$  по мере увеличения искажений кристалла наблюдается монотонное смещение функции  $\ln S = f(t)$  вдоль оси ординат (рост параметра  $B$ ). Так, например, если для исходного образца  $B = 1,52$ , то для кристаллов, отжигавшихся при 850 и 820 °С, параметр  $B$  равен 1,84 и 2,06, соответственно.

однако прирост обоих ИКП в слабо нарушенных образцах по сравнению с их значением в исходном состоянии приблизительно одинаков. Под слабо нарушенными кристаллами будем подразумевать такие образцы, в которых концентрация центров распада (выделений мышьяка или дислокационных петель междуузельной природы [54,58]) такова, что поля деформаций, создаваемые этими несовершенствами, еще не взаимодействуют. При глубоком же распаде твердого раствора As в Ge, по видимому, имеет место взаимодействие между полями деформаций отдельных дефектов, что приводит к сильным искажениям кристаллической матрицы. Этот эффект приводит к сохранению значения параметра  $A$  функции  $\ln S = At + B$  для образцов, прошедших термообработку при различных тем-

В случае сильно нарушенных кристаллов параметр  $B$  существенно возрастает, а параметр  $A$  значительно отличается от исходного значения. Так, для отожженного при  $790\text{ }^\circ\text{C}$  кристалла  $B=3,60$ ;  $A=201\text{ см}^{-1}$ , в то время как для исходного образца  $B=1,52$ ;  $A=17,6\text{ см}^{-1}$ . Кроме того, высокий уровень нарушений решетки кристалла приводит также к увеличению полуширины кривой качания  $\omega$  двухкристального спектрометра. Например, для образца, отжигавшегося при  $630\text{ }^\circ\text{C}$ , значение  $\omega$  на 15% превышало ее исходное значение.

Изучение влияния длительности отжига на структурное совершенство кристаллов Ge, сильно легированных As, производилось при температуре  $630\text{ }^\circ\text{C}$ , при которой возникают наиболее сильные искажения кристаллической матрицы. Исследования проводились на образцах, приготовленных из слитка II.

Проведенные опыты показали, что отжиг образцов длительно-стью до 5 мин не приводит к заметным искажениям кристаллической матрицы. Значения ИКП отожженных образцов были равны значениям ИКП исходных образцов, а на топограммах не было замечено каких-либо изменений. Однако концентрация носителей тока в образце после отжига в течение 5 мин уменьшилась от  $3,22 \cdot 10^{19}$  до  $2,84 \cdot 10^{19}\text{ см}^{-3}$ , что, по-видимому, свидетельствует о начале процесса распада твердого раствора. Дальнейшее увеличение времени отжига сопровождалось появлением искажений кристаллической решетки, которые приводили к монотонному росту ИКП и к появлению на топограммах изображений преципитатов. При отжиге длительно-стью более 9 мин степень структурного совершенства образцов продолжала ухудшаться, а ИКП  $\mu_{i2}$  и  $\mu_{i\alpha}$  увеличивались незначительно (табл.5.3). Возникающие при этом искажения решетки настолько велики, что в образцах, толщина которых превышает 250 мкм, АПРЛ с длинами волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , исчезает практически полностью. Варьирование времени отжига сказывается и на скачках интенсивности вблизи К-края поглощения, вызывая изменение параметров  $A$  и  $B$  функции  $\ln S=f(t)$ . Экспериментальные зависимости  $\ln S=f(t)$  для образцов, отжигавшихся при температуре  $630\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 5, 7, 8 и 9 мин, характеризуются следующими из-

менениями по сравнению с исходным состоянием. Хотя кристаллы в этом состоянии содержали до  $3,2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$  легирующей примеси, однородно распределенной в объеме образца, все же согласно [59, 60] это не повлияло на начальное величину параметра  $A$ . С увеличением времени отжига до 9 мин увеличивалась только характеристика  $B$ , в то время как параметр  $A$  почти не изменялся. Сопоставляя эти результаты с предыдущими данными, можно сделать вывод, что отжиг образцов в течение 9 мин при  $630^\circ\text{C}$  еще не приводит к сильным нарушениям кристаллической матрицы образцов. Не удалось наблюдать влияния сильных искажений решетки, возникающих в течение длительных нагревов при  $630^\circ\text{C}$ , на скачки интенсивности вблизи К-края поглощения Ge, поскольку измеряемая интенсивность АПРЛ в таких кристаллах сравнима с уровнем фона. Однако результаты, полученные при отжиге образца в течение 0,5 ч при  $790^\circ\text{C}$  позволяют считать, что в течение продолжительных отжигов при  $630^\circ\text{C}$  образуются сильные структурные искажения, которые также приводят к росту параметра  $A$ .

**Таблица 5.3**

*Влияние продолжительности термообработки при  $630^\circ\text{C}$  на ИКП ( $\mu_{i0}$ ,  $\mu_{i1}$ ,  $\mu_{i2}$ ) и параметры  $A$  и  $B$  функции  $\ln S = At + B$  [61]*

Длительность отжига, мин	$\mu_{i0}, \text{см}^{-1}$	$\mu_{i1}, \text{см}^{-1}$	$\mu_{i2}, \text{см}^{-1}$	$A = \mu_{i1} - \mu_{i2}, \text{см}^{-1}$	$B$
Исходный	13,8	38,0	17,1	20,9	1,71
5	16,3	40,4	18,9	21,5	1,77
7	25,5	49,7	23,3	28,1	1,83
7,5	19,5	43,4	20,9	22,5	1,89
8	66,9	78,0	58,6	19,4	3,31
9	111,9	104,4	80,7	23,6	4,01
10	295,9	—	108,7	—	—
20	179,8	—	101,8	—	—
60	328,0	—	101,2	—	—

*Примечание. Некоторый разброс параметра  $A$ , вероятно, связан с неоднородным распределением дефектов, которые возникают в процессе термообработки, что подтверждается данными топографических исследований и измерений концентрации носителей тока.*



Результаты проведенных исследований показали, что в зависимости от концентрации As в кристаллах Ge образование структурных дефектов при распаде твердого раствора происходит в широком температурном интервале ( $550 \div 850$  °С). Интенсивность этого процесса не постоянна и достигает максимума при  $630 \div 650$  °С, если концентрация носителей тока приближается к значению  $n = 2,5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ . При  $n \approx 4 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$  температурный интервал интенсивно протекающих процессов распада твердого раствора составляет уже от  $590$  до  $800$  °С. Образцы, отожженные в интервале температур, в котором процессы распада твердого раствора особенно интенсивны, обладают низкой степенью структурного совершенства, характеризующегося резким ростом ИКП  $\mu_{i\alpha}$ ,  $\mu_{i1}$ ,  $\mu_{i2}$ , увеличением параметра  $A$ , а также ростом полуширины  $\omega$  кривой качания двукристального спектрометра. Образцы, отжигавшиеся при температурах, близких к границам указанного температурного диапазона, характеризуются более высоким структурным совершенством. Значения ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , таких кристаллов одинаково увеличиваются по сравнению с их значениями для совершенных кристаллов, а параметр  $A$  в пределах экспериментальных ошибок постоянен.

Прежде чем перейти к обсуждению результатов по изучению кинетики накопления структурных нарушений в процессе отжига при  $630$  °С, остановимся на особенностях динамического рассеяния рентгеновских лучей кристаллами с сильными и слабыми искажениями решетки. При этом будем учитывать, что сильные нарушения решетки являются, по-видимому, промежуточным состоянием между дефектами первого и второго рода, согласно классификации М.А. Кривоглаза [59]. Можно показать, что при сильных структурных искажениях кристалла ( $\exp(-L) \ll 1$ ) приросты ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , не одинаковы. Прирост ИКП  $\Delta\mu_i$  в нарушенном кристалле  $\mu_i^{\text{нар}}$  по сравнению с совершенным  $\mu_i^c$ ,

$$\Delta\mu_i = \mu_i^{\text{нар}} - \mu_i^c = \frac{2\pi k |\chi_{ih}| e^{-M}}{\gamma} (e^{-L} - 1) + \mu_{ds}. \quad (5.25)$$

Поскольку  $\exp(-L)$  — не зависит от длины волны излучения и для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  можно считать  $k_1 \approx k_2$ , а  $\chi_{ih1}$  и  $\chi_{ih2}$  различаются почти на порядок [33], то из (5.25) следует, что  $\Delta\mu_{i1} \neq \Delta\mu_{i2}$ . Таким образом, при значительных структурных искажениях кристалла должен возрасти параметр  $A$  функции  $\ln S = At + B$ . При относительно слабых искажениях, когда  $\exp(-L) \approx 1$ , согласно (5.6) и (5.25)  $\Delta\mu_i$  и  $A$  не должны изменяться. Наблюдающееся в случае слабых искажений значительное одинаковое увеличение ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  не может быть объяснено, таким образом, ростом поглощения за счет увеличения интенсивности фотоэффекта. Поэтому необходимо допустить существование иного абсорбционного механизма, действие которого эквивалентно как в длинноволновой ( $\lambda_2$ ), так и коротковолновой ( $\lambda_1$ ) областях вблизи К-края поглощения Ge. Таким дополнительным механизмом поглощения, которым можно объяснить одинаковое увеличение  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , может быть диффузное рассеяние рентгеновских лучей на дислокационных петлях или выделениях мышьяка (экстинкция излучения). Согласно [22, 59, 60] диффузное рассеяние особенно чувствительно к наличию в кристаллах дислокационных петель и скоплений атомов примеси. Известно также, что при определенном размере дислокационной петли или кластера механизм поглощения за счет экстинкции может превалировать над механизмом, в основе которого лежит фотоэффект на внутренних оболочках атомов. Следует при этом указать, что измерения ИКП вблизи К-края поглощения Ge совместно с анализом толщинной зависимости логарифма скачка интенсивности  $\ln S = At + B$  позволяют выделить ту часть ИКП, которая обусловлена диффузным рассеянием рентгеновских лучей на статических искажениях решетки.

Изучение зависимостей ИКП  $\mu_{i\alpha}$ ,  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , от времени отжига образцов при температуре 630 °С позволяет проследить за кинетикой накопления структурных искажений в матрице кристалла при распаде твердого раствора. Полученные в [61] результаты показали, что процесс накопления искажений в кри-

сталлической матрице происходит в три стадии, о чем можно судить по общей степени структурного совершенства (табл.5.3).

На первой стадии, характеризующейся незначительным уменьшением концентрации основных носителей тока, происходит выпадение части атомов As из твердого раствора и формирование, вероятно, центров распада малых размеров. Возникшие дефекты слабо искажают решетку кристалла и не могут оказать заметного влияния на интенсивность интерференционного прохождения рентгеновских лучей. Судя по данным трансмиссионной электронной микроскопии [58], такими центрами могут быть как скопления As, так и дислокационные петли, обязанные своим происхождением атомам As, собирающимся в междоузлиях.

На второй стадии распада твердого раствора, который, очевидно, начинается после пятиминутной термообработки при 630 °С, размер выделений As или дислокационных петель достигает уже значений, при которых указанные дефекты начинают заметно влиять на рассеяние рентгеновских лучей. Экспериментально это проявляется в увеличении параметра  $B$ , что обусловлено, по-видимому, возникновением диффузного рассеяния в местах локализации несовершенств. Одинаковое увеличение ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , как уже указывалось, может быть объяснено появлением диффузного рассеяния на статических искажениях вокруг дефектов. Поскольку диаметр дислокационных петель возрастает с увеличением времени отжига, приросты ИКП  $\Delta\mu_{i1}$  и  $\Delta\mu_{i2}$  при этом также увеличиваются. На этой стадии распада твердого раствора структурные искажения еще не достигают такого уровня, чтобы существенно повлиять на фотоэлектрическую часть ИКП. Поэтому основной вклад в увеличение  $\mu_{i1}$  и  $\mu_i$ , по-видимому, обусловлен потерями энергии за счет диффузного рассеяния.

На третьей стадии распада уровень структурных нарушений достигает своего максимального значения. Благодаря взаимодействию полей деформаций отдельных дефектов общая степень структурного совершенства резко ухудшается и в случае толстых кристаллов наблюдается полное исчезновение АПРЛ. В

результате высокого уровня структурных искажений ( $\exp(-L) > 1$ ) увеличивается фотоэлектрическая часть общего ИКП, следствием чего является рост параметра  $A$  зависимости  $\ln S = At + B$ . Диффузное рассеяние также продолжает увеличиваться. Одновременно все большая часть кристалла начинает рассеивать рентгеновские лучи диффузно, что проявляется в более резком увеличении параметра  $B$ , чем в случае слабых искажений кристалла.

Изучение структурного состояния и рассеяния РЛ в системе Ge — Li представляло интерес не только с точки зрения выяснения природы дефектов, которые образуются во время распада твердого раствора Li в Ge, но и для расширения и обобщения полученной выше информации, необходимой для построения некоторой общей картины ДРРЛ искаженным кристаллом. Кроме того, в ходе выполнения этой работы предусматривалась проверка выводов теории рассеяния Дедерихса, которые касаются зависимости  $\mu_{ds}$  от вектора дифракции  $H$ , а также от длины волны излучения  $\lambda$ . Важность таких исследований вытекала из анализа литературных данных о величине вклада  $\mu_{ds}$  в ИКП, а также его зависимости от  $\lambda^2$  и  $H$  для кристаллов Ge — As [10,12], поскольку было известно, что предположения теории выполняются в среднем с точностью  $8 \div 20\%$ . Более того, в других работах авторов работ [10,12], была установлена также линейная зависимость  $\mu_{ds}$  от  $\lambda$  в кристаллах Ge — As, что вообще ставило под сомнение правомерность применения теории Дедерихса для исследования АПРЛ в таких кристаллах.

С этой целью нами [62] проводились исследования интенсивности АПРЛ в кристаллах Ge, легированных Li в процессе их выращивания, что обеспечило достижение максимально возможной концентрации атомов Li в образцах. Поэтому вследствие распада твердого раствора Li уже при комнатной температуре в таких образцах могли содержаться локализованные дефекты типа кластеров или петель. Образцы для исследований вырезались вдоль оси роста [111]. Измерение интенсивности АПРЛ проводились на ОКС [33].

Как эталон совершенного кристалла использовался образец чистого ( $\rho \approx 40$  Ом·см) бездислокационного кристалла Ge.

Значение ИКП для нелегированных бездислокационных кристаллов Ge и образцов Ge — Li с искаженной структурой, в которых состоялся распад твердого раствора, для различных длин волн и отражений, приведен в табл. 5.4. Кроме того, в ней приведены значения  $\mu_{ds}$ , определенные с помощью описанной выше методики анализа ДРРЛ вблизи К-края поглощения Ge для отражений  $2\bar{2}0$ ,  $1\bar{1}1$ ,  $004$ . Как видно из таблицы, важный вклад в ИКП дает не только  $\mu_{ds}$ , но и прирост  $\mu_{ph}$  ( $L \neq 0$ ). Для тех рефлексов, на которых проводились измерения ИКП вблизи К-края поглощения ( $2\bar{2}0, 004, 1\bar{1}1$ ), с помощью уже описанного метода по формуле (5.17) было определено также значение  $L$ . В частности, для отражения (220)  $L_{2\bar{2}0} = 0,003$ , что очень близко к значению, полученному в [25] при измерениях интенсивности АПРП для двух длин волн ( $\text{CuK}\alpha$  и  $\text{MoK}\alpha$ ) в кристаллах Ge с Li ( $L_{2\bar{2}0} = 0,0027$ ). Согласно [63] такое значение статического фактора обусловлено кластерами со средним радиусом в несколько десятков нанометров. Здесь надлежит отметить, что теория Дедерихса развита для дефектов, радиус поля искажения  $R$  которых не превышает 100 нм, хотя в частных случаях она оказывается справедливой и для дефектов больших размеров [63]. Исходя из этого, можно сделать вывод, что в изученных нами образцах Ge — Li размеры дефектов, пожалуй, близкие к предельным, для которых еще применимая теория Дедерихса. Во время проверки характера зависимостей экспериментальных величин  $\mu_{ds}$  от  $\lambda^2$  для различных рефлексов оказалось, что их расхождение со значениями, рассчитанными по формуле Дедерихса, составляет в среднем 30%. Причиной такого большого расхождения экспериментальных и теоретических данных могла бы быть какая-то скрытая систематическая погрешность эксперимента (например, и не учтенное влияние компонент волновых полей с параллельной поляризацией). С целью выяснения этого вопроса с помощью измеренных ИКП для совершенного кристалла нами были определены

экспериментальные значения  $\epsilon_e$  для различных отражений, которые сравнивались с теоретическими значениями  $\epsilon_T$  [42] для идеального кристалла. Все  $\epsilon_e$  оказались несколько меньше соответствующих теоретических значений  $\epsilon_T$  для идеального Ge [42], причем среднее расхождение между обоими не превышало 0,8%. Несколько заниженные  $\epsilon_e$  по сравнению с  $\epsilon_T$  легко объясняются слабым влиянием волнового поля с параллельной поляризацией. Кроме того, возможно, что в исходном бездислокационном кристалле были какие-то скрытые дефекты, которые слабо влияют на АПРЛ. Таким образом, поскольку ИКП для исходного и искаженного кристаллов измерялись в полностью идентичных условиях, то указанное удовлетворительное совпадение  $\epsilon_e$  и  $\epsilon_T$  свидетельствует о том, что измеренные значения ИКП и для искаженного кристалла достоверны. Отсюда следует что, установленное расхождение экспериментальных и теоретических зависимостей  $\mu_{ds}$  от  $\lambda^2$  является объективной закономерностью, заключающейся в том, что система Ge—Li при существующем уроне легирования Li, находится на грани применимости теории Дедерихса. Об этом же свидетельствует и сравнение отношений  $\mu_{ds2\bar{2}0} / \mu_{ds004}$ , рассчитанных по формулам Дедерихса, с их значениями, полученными экспериментально. Эти данные приведены в табл.5.5, откуда видно, что теоретические значения ближе к экспериментальным, для модели кластеров, чем для модели петель.

**Таблица 5.5**

*Экспериментальные и теоретические (по Дедерихсу) значения отношения  $\mu_{ds2\bar{2}0} / \mu_{ds004}$  для Ge, легированного Li [62]*

$\lambda$	$\mu_{ds2\bar{2}0} / \mu_{ds004}$		
	Теоретические значения		Экспериментальные значения
	петли	кластеры	
$\lambda_1$	0,89	0,97	1,19
$\lambda_2$	0,93	1,00	1,22
$\lambda_{CuK\beta}$	0,84	0,93	0,95
$\lambda_{CuK\alpha}$	0,85	1,01	1,14

В связи со значительным расхождением между экспериментальными и теоретическими значениями  $\mu_{ds}$  мы попробовали обнаружить эмпирические зависимости  $\mu_{ds}$ , а также  $L$  от  $\lambda$  и  $H$ . Исходя с предположения, что в выражение для определения  $\mu_{ds}$  как сомножитель входит  $f_{rh}^2 e^{-2M} e^{-2L}$ , было вычислено отношение  $\mu_{ds} / (f_{rh}^2 e^{-2M} e^{-2L}) \equiv \mu_{ds}^*$  для длин волн  $\lambda\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda\text{CuK}\beta$ ,  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , отражений  $\bar{2}20$  и  $004$ . Оказалось, что с точностью до 2,5% в границах одного отражения в исследованном интервале длин волн значения этих отношений практически не зависят от длины волны. Таким образом, если считать, что и для других исследованных отражений  $\mu_{ds}^*$  также не зависит от  $\lambda$ , то отношение  $\mu_{ds}$  для двух длин волн ( $\lambda\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda\text{CuK}\beta$ , ) одного и того же отражения можно записать в виде

$$\frac{\mu_{ds}^{\alpha}}{\mu_{ds}^{\beta}} = \frac{f_{rh\alpha}^2}{f_{rh\beta}^2} \equiv f' \quad \text{или} \quad \mu_{ds}^{\alpha} \equiv f' \mu_{ds}^{\beta}. \quad (5.26)$$

Используя полученную эмпирическую закономерность, можно однозначно решить систему уравнений

$$\begin{aligned} \mu_{iH}^{\alpha} &= \frac{\mu_0^{\alpha}}{\gamma_{\alpha}} (1 - \varepsilon_{H\alpha} e^{-L_H}) + \mu_{ds}^{\alpha}, \\ \mu_{iH}^{\beta} &= \frac{\mu_0^{\beta}}{\gamma_{\beta}} (1 - \varepsilon_{H\beta} e^{-L_H}) + \mu_{ds}^{\beta}. \end{aligned} \quad (5.27)$$

Таким образом,

$$e^{-L_H} = \frac{\left( \frac{\mu_0^{\alpha}}{\gamma_{\alpha}} - f' \frac{\mu_0^{\beta}}{\gamma_{\beta}} \right) - (\mu_{iH}^{\alpha} - f' \mu_{iH}^{\beta})}{\frac{\mu_0^{\alpha}}{\gamma_{\alpha}} \varepsilon_{H\alpha} - f' \frac{\mu_0^{\beta}}{\gamma_{\beta}} \varepsilon_{H\beta}}. \quad (5.28)$$

Из соотношения (5.28) на основании измеренных в эксперименте величин можно определить  $\exp(-L)$  и, следовательно,  $\mu_{ds}$  для всех отражений, которые использовались, включая и те, на которых не удалось провести измерения в области К-края поглощения. Результаты расчета  $\exp(-L)$  и  $\mu_{ds}$  по указанной методике приведены в табл.5.4 (выделенные). Значения  $\exp(-L)$  и  $\mu_{ds}$  для отражения 004  $\text{CuK}\alpha$ , и  $\text{CuK}\beta$  излучений, полученные при анализе ДРПЛ вблизи К-края, а также с помощью только что изложенной процедуры, практически одинаковы. Для отражения  $2\bar{2}0$ , однако,  $\exp(-L)$  — различаются примерно на 4%, а  $\mu_{ds}$  — уже примерно на 20%. Это связано с тем обстоятельством, что при определении  $\mu_{ds}$  по уравнениям типа (5.27) член  $\epsilon_{H\alpha}\exp(-L)$  — для рефлекса  $2\bar{2}0$  очень близок к единице, что приводит к большим погрешностям определения  $\mu_{ds}$  даже при небольших ошибках в определении  $\exp(-L)$ .

На основании полученных экспериментальных данных можно определить зависимости  $\mu_{ds}$  и  $L$  от вектора обратной решетки  $H$ . Для получения первой с них был построен график функции

$$\ln \frac{\mu_{ds_{h_1k_1l_1}}}{\mu_{ds_{h_2k_2l_2}}} = \ln \alpha + x \ln \left( \frac{H_1}{H_2} \right).$$

С помощью графика было установлено, что  $x \approx 3$ ,  $a \approx 2$ . Таким образом,  $\mu_{ds} \sim H^3$ , эмпирическая зависимость  $\mu_{ds}$  от вектора обратной решетки для изученных образцов значительно отличается от предсказанной теоретически ( $\mu_{ds} \sim H^2$  [22]).

Из теории Деде́рикса известно (формулы (5.9), (5.10)), что  $L \sim H^{3/2}$ ,  $L \sim H^2$  для модели петель и кластеров, соответственно. Зная экспериментальные значения  $L$ , определенные для различных  $hkl$ , можно построить в двойном логарифмическом масштабе график функции  $L=f(H)$ , из которого следует, что показатель степени  $H$  равен 2. В соответствии с указанной теори-



ей это означает, что доминирующими дефектами в изученных кристаллах были кластеры. Этот вывод подтверждается электронномикроскопическими исследованиями кристаллов Ge — Li, в которых были выявлены сферические преципитаты диаметром около 100 нм. Топографическими исследованиями таких кристаллов установлено отсутствие в них дислокаций.

Подводя итоги, следует отметить, что информация о ДРРЛ с длинами волн вблизи К-края поглощения, полученная при измерениях на двух рефлексах, дала возможность определить вклады в ИКП  $\mu_{ph}$  и  $\mu_{ds}$  для целого ряда отражений с использованием только характеристического излучения. Это удалось сделать даже в таком важном случае, когда экспериментальные данные относительно  $\mu_{ds}$  описываются формулами существующей теории недостаточно обоснованно.

## **5.6 Динамическое рассеяние рентгеновских лучей с длинами волн, близкими к К-краю поглощения Ge, на радиационных дефектах**

Результаты исследования влияния облучения монокристаллов меди и кремния быстрыми нейтронами на эффект Бормана показали, что аномальное прохождение РЛ можно эффективно использовать для изучения радиационных нарушений в твердых телах [7, 65—67]. В ряде наших работ, например [46], обсуждавшихся выше, была показана перспективность исследования влияния дефектов структуры различного типа в кристаллах на интерференционное прохождение РЛ с длинами волн, близкими к К-краю поглощения вещества. В связи с этим нам представлялось целесообразным использовать указанный метод для изучения характера радиационных дефектов в Ge, облученном быстрыми нейтронами, а также влияния отжига на дефектную структуру. Образующиеся в таких кристаллах согласно существующим представлениям протяженные области нарушений

(кластеры и пики смещения) [67, 68] могут оказывать заметное влияние на характер ДРПЛ с длинами волн  $\lambda$ , близкими к К-краю поглощения вещества. В предыдущих параграфах этой главы нами было показано, что совместный анализ характера изменения интерференционных коэффициентов поглощения (ИКП)  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , при  $\lambda_1 < \lambda_K$  и  $\lambda_2 > \lambda_K$  и толщинной зависимости логарифма скачка интенсивности  $i_2$  и  $i_1$  вблизи  $\lambda_K$  позволяет судить о характере образующихся дефектов и о степени структурного совершенства искаженных кристаллов.

Все образцы для наших исследований [69] были приготовлены из очень чистого бездислокационного Ge с проводимостью  $n$ -типа с малым содержанием примесей ( $\rho \approx 50$  Ом·см) таким образом, что их поверхность совпадала с плоскостью (110) с точностью до 10 угл. минут. Две партии образцов облучались в реакторе быстрыми нейтронами ( $E=1$  МэВ) дозами  $\Phi$   $1 \cdot 10^{19}$  и  $5 \cdot 10^{19}$  нейтр/см<sup>2</sup> при температуре  $T \approx 50$  °С. После облучения поверхностный слой сошлифовывался, а затем образцы подвергались химическому полированию в растворе CP-4. Измерения интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  для длин волн  $\lambda_1 = 0,1092$  нм и  $\lambda_2 = 0,1136$  нм проводились на ОКС в положении Лауэ-дифракции от плоскостей (110). ИКП  $\mu_{i1}$ , и  $\mu_{i2}$ , а также параметры  $A$  и  $B$ , как и раньше, рассчитывались методом наименьших квадратов. Соответствующие значения указанных параметров приведены в табл.5.6.

Для образцов первой партии, облученных дозой  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр/см<sup>2</sup>, не было обнаружено заметных изменений ИКП  $\mu_{i1}$ ,  $\mu_{i2}$ , а также параметров  $A$  и  $B$  по сравнению с их исходными значениями. Облучение же кристаллов дозой  $5 \cdot 10^{19}$  нейтр/см<sup>2</sup> привело к существенным изменениям функции  $\ln S = f(t)$  (рис. 5.8), а также  $i_1 = f(t)$  и  $i_2 = f(t)$ . Эти изменения заключаются в смещении по оси ординат указанной толщинной зависимости логарифма скачка интенсивности  $\ln S$  для облученных кристаллов № 1 и № 2 по сравнению с исходным состоянием на величину  $\Delta B = 0,14$ , значительно превышающую ошибку измерений. Что касается параметра  $A$ , то он в пределах ошибок измерений

сохраняет свое первоначальное значение, поскольку каждый из ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , как видно из таб. 5.6, возрастает на одинаковую  $\Delta\mu = 2,5 \text{ см}^{-1}$ . Отрезки, отсекаемые на оси ординат прямыми, соответствующими функциям  $\ln i_1 = f(t)$  и  $\ln i_2 = f(t)$ , пропорциональные коэффициентам Фурье действительной части  $\chi$ , возрастают после облучения кристаллов, что является причиной возрастания параметра  $B$ . Прежде чем приступить к объяснению установленных изменений параметров кристалла Ge после облучения дозой  $5 \cdot 10^{19}$  нейтр/см<sup>2</sup> (неизменность  $A$  при некотором увеличении  $B$ ), отметим изученные выше (см. параграфы 5.3, 5.4) характерные особенности поведения функции  $\ln S = f(t)$  в кристаллах с тепловыми колебаниями решетки [46], или в образцах, структура которых искажена дефектами, появляющимися при распаде твердого раствора As в Ge [61]. В первом случае, когда в кристалле отсутствуют локализованные дефекты, не было обнаружено увеличения параметра  $B$ , хотя значение  $A$  существенно возрастает с повышением температуры. Таким образом, для появления диффузного рассеяния, которое и является причиной изменения  $B$ , необходимо наличие локализованных структурных искажений, размер которых, по-видимому, соизмерим с экстинкционной длиной. Интенсивность диффузного рассеяния зависит также и от концентрации локализованных искажений решетки. Во втором случае наблюдалось увеличение параметра  $B$  при неизменности  $A$ , когда приросты ИКП  $\Delta\mu_{i1}$  и  $\Delta\mu_{i2}$  для искаженного образца по сравнению с идеальным кристаллом были одинаковыми.

На основании (5.25) в общем случае сильно искаженного кристалла можно показать, что

$$\Delta\mu_i = \mu L \varepsilon_0 e^{-M} + \mu_{ds}, \quad (5.29)$$

что отвечает случаю слабо искаженного кристалла, для которого  $L = 0$ ,  $\mu_i = \mu_{ds}$ . Как уже отмечалось, согласно теории Дедерихса [22],  $\mu_{ds}$  зависит только от действительной части функции атомного рассеяния  $\{f_0 + \Delta f''\}^2$ , которая в области К-края для

**Таблица 5.6**

*Влияние облучения и отжига образцов на параметры функции  $\ln S=f(t)$  [69]*

Состояние образцов	$A$ , см <sup>-1</sup>	$B$	$\mu_{i1}$ , см <sup>-1</sup>	$\mu_{i2}$ , см <sup>-1</sup>	$\Delta\mu_{i1}$ , см <sup>-1</sup>	$\Delta\mu_{i2}$ , см <sup>-1</sup>
Исходный	32,0	1,08	49,8	17,8		
Облученный №1 ( $\Phi=5 \cdot 10^{19}$ нейтр/см <sup>2</sup> )	32,0	1,22	52,3	20,3	2,5	2,5
Облученный №2 ( $\Phi=5 \cdot 10^{19}$ нейтр/см <sup>2</sup> )	32,3	1,21	52,7	20,4	2,9	2,6
Исходный отожженный при 550 °С в течение 0,5 ч	31,7	1,08	50,6	18,9	—	—
Облученные образцы №1 и №2 ( $\Phi=5 \cdot 10^{19}$ нейтр/см <sup>2</sup> ) после отжига при 550°С в течение 0,5 ч	31,7	1,08	50,1	18,4	—	—

*Примечание: Средние погрешности измерений параметра  $A$ , ИКП  $\mu_i$  не превышают  $\pm 0,7$  см<sup>-1</sup>, а параметра  $B$  —  $\pm 0,03$*

длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  приблизительно одинакова. Поэтому  $\mu_{ds}^{(1)} = \mu_{ds}^{(2)}$ , что приводит к сохранению первоначального значения параметра  $A$ , хотя каждый из ИКП при этом заметно возрастает.

Изменения величин  $A$ ,  $B$ ,  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  подобные тем, которые наблюдались в рассмотренном выше втором случае, характерны и для образцов Ge, облученных быстрыми нейтронами. В этом случае в Ge, по-видимому, возникают протяженные области нарушений, так называемые сверхкластеры, состоящие из большого числа мелких кластеров вакансионного типа, окруженных точечными дефектами. Эти нарушенные области являются более рыхлыми образованиями, чем матричный кристалл. Очевидно, рыхлость радиационно поврежденных областей и явля-

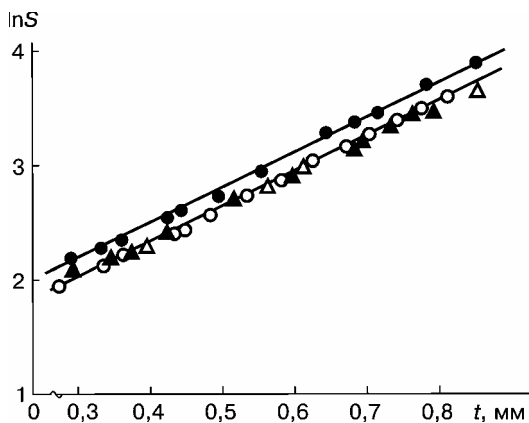


Рис. 5.8. Функции  $\ln S=f(t)$  для кристаллов Ge;  $\circ$  — исходный образец,  $\bullet$  — облученный ( $\Phi=5 \cdot 10^{19}$  нейтрон/см<sup>2</sup>),  $\Delta$  — исходный образец после отжига при 550 °С в течение 0.5 ч,  $\blacktriangle$  — облученный после отжига [69]

Укрупненные искаженные области, размер которых соизмерим с рентгеновской экстинкционной длиной, так же, как и отдельные мелкие кластеры, не имеют резко очерченных границ (по плотности, локальному структурному фактору). Благодаря этому они не создают заметного контраста, что затрудняет их выявление с помощью трансмиссионных электронномикроскопических методов. Хотя имеются сообщения о выявлении кластеров радиационного происхождения в Ge методом реплик, эти данные нельзя признать достаточно убедительными, поскольку избирательное травление может происходить и на скоплениях точечных дефектов нерадиационной природы. В пользу предположения об образовании протяженных, но слабо искаженных областей со значительной плотностью точечных дефектов свидетельствуют и результаты получасового отжига облученных образцов при 550 °С (см. табл.5.6). Вследствие такого непродолжительного нагревания, возможно, произошло час-

ется причиной незначительного их влияния на фотоэлектрическую часть ИКП  $\mu_{ph}$  ( $L=0$ ). В то же время значительная протяженность этих областей после перекрытия искажений от отдельных малых кластеров, что, вероятно, происходит при увеличении дозы быстрых нейтронов до  $5 \cdot 10^{19}$  нейтр/см<sup>2</sup>, является причиной появления на них кинематического диффузного рассеяния рентгеновских лучей.

тичное рассасывание кластеров и рекомбинация точечных дефектов, благодаря чему параметры облученных кристаллов достигли практически исходных значений. Некоторая тенденция к увеличению  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$  при отжиге кристаллов по сравнению с исходным состоянием, по-видимому, связана с перераспределением термических вакансий или примесей, поскольку она характерна и для необлученного отожженного кристалла Ge.

Полученные при анализе характера изменений скачков интенсивностей РЛ с длинами волн, близких к К-краю поглощения Ge, результаты [69], дали возможность выявить некоторые особенности радиационных повреждений, не обнаруженные другими применявшимися ранее методами. Эти особенности (большой размер поврежденных областей, их рыхлость) следуют из наблюдавшихся изменений ИКП, обусловленных диффузным рассеянием, которые могут быть легко выявлены при измерениях вблизи К-края поглощения вещества.

### **5.7 Поглощение и рассеяние рентгеновских лучей при Лауэ-дифракции в кристаллах с хаотически распределенными дислокациями**

Среди современных неразрушающих методов контроля структурного совершенства полупроводниковых материалов наиболее перспективными представляются рентгеновские дифракционные методы, физической основой которых является динамическая теория рассеяния РЛ кристаллами с дефектами произвольного типа и концентрации [70—72]. К сожалению, в настоящее время эта теория еще далека от завершения, хотя в отдельных случаях она позволяет объяснить экспериментальные результаты. В работах [70, 71], например, развит подход, позволяющий рассчитать важнейшие измеряемые величины — интегральную интенсивность дифракционного максимума РЛ и угловое распределение  $I_R(\theta)$  (которые представляют собой сум-

му брэгговской ( $I_B$ ) и диффузной ( $I_D$ ) составляющих) — в монокристаллах с дефектами «кулоновского» типа (кластерами, дислокационными петлями). Однако в случае дислокаций (дефекты второго класса по классификации М.А. Кривоглаза) задача кинематического описания рассеяния РЛ существенно усложняется наличием протяженных, медленно убывающих полей деформаций вокруг дефектов. При этом значение статического фактора Дебая — Валлера  $L \rightarrow \infty$ , что должно приводить к подавлению интерференционного максимума интенсивности даже при наличии всего нескольких дислокаций в объеме кристалла. Это предсказание кинематической теории противоречит экспериментальным данным [73,74], согласно которым вплоть до некоторой критической плотности дислокаций ( $N_d^* \approx 10^6 \div 10^7 \text{ см}^{-2}$ ) в кристалле сохраняется заметное значение ИИ.

С целью устранения кажущегося противоречия в работе [75] для случая динамического рассеяния РЛ было введено понятие перенормированного статического фактора,  $L^* \approx N_d / N_d^*$ , пропорционального плотности дислокаций  $N_d$ , физический смысл которого связан с ограничением области сильных деформаций вокруг отдельной дислокации некоторым эффективным радиусом  $r$  порядка  $\Lambda$  ( $\Lambda$  — экстинкционная длина). Такой подход в кристаллах с хаотически распределенными дислокациями позволил с достаточной точностью рассчитать ИИ дифракционного максимума  $I_R$  в условиях «слабого поглощения» ( $h = \mu t / \cos \theta_B < 2 \div 3$ , где  $\mu$  — фотоэлектрический коэффициент поглощения;  $t / \cos \theta_B$  — толщина кристалла в направлении падающего пучка;  $\theta_B$  — угол Брэгга).

Как показано в работе [75], в этом случае можно пренебречь предсказанным теоретически [70,71] эффектом динамического перерассеяния диффузного фона. Этот эффект начинает заметно проявляться лишь при сравнительно больших значениях  $h > 3$  [75], когда диффузная компонента  $I_{DS}$  перерассеивается с аномально слабым поглощением. К сожалению, и в настоящее время не существует строгого аналитического выражения для

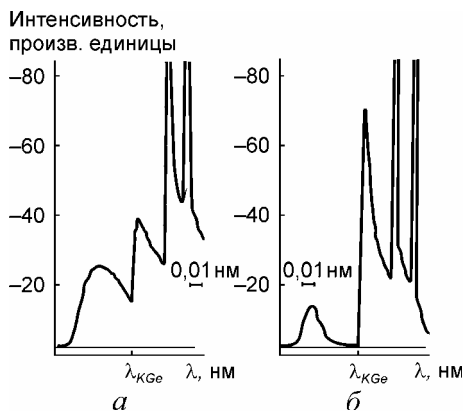


Рис. 5.9. Спектр рентгеновской трубки, записанный при Лауэ-дифракции в кристалле Ge с  $N_d = 0$  (а); с  $N_d = 1,6 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$  (б); (прямая линия выше оси абсцисс — уровень фона, толщина кристалла  $t$  порядка 250 мкм)

поглощения исследуемого материала. Такой подход не требует введения какой-либо конкретной модели дефектной структуры и, по-видимому, может быть использован при исследовании дислокационных кристаллов, в том числе в условиях АПРЛ. Дислокации, как показано нами ранее [32], влияют и на форму спектра РЛ при Лауэ-дифракции (рис.5.9). Были также изучены и зависимости  $\ln S = At + B$  для совершенного (1) и дислокационного (2) кристаллов (рис.5.10). Для последнего можно рассчитать статический фактор Дебая — Валлера согласно (5.17).

Целью исследований работы [76] было экспериментальное определение перенормированного статического фактора Дебая — Валлера в дислокационных кристаллах с  $N_d < N_d^*$  в широком диапазоне уровней поглощения  $0,5 < h < 140$ . Одна из конкретных задач состояла в выяснении вопроса, в какой мере значение параметра  $L^*$ , обоснованное ранее в приближении тонкого ( $h < 1$ )

описания этого процесса в кристаллах с дислокациями, а численное решение задачи затруднено большим временем машинного счета. В сложившейся ситуации выход из создавшегося положения, с нашей точки зрения, состоит в прямом экспериментальном определении параметра  $L$ . Выше обсуждался разработанный эффективный метод для определения интегральных характеристик динамического рассеяния РЛ с использованием длин волн непрерывного спектра  $\lambda_1, \lambda_2$ , близких к К-краю по-



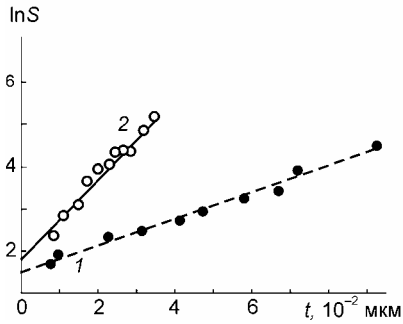


Рис. 5.10. Логарифмическая зависимость скачка интенсивности для совершенного (1) и несовершенного (2) кристаллов Ge от толщины

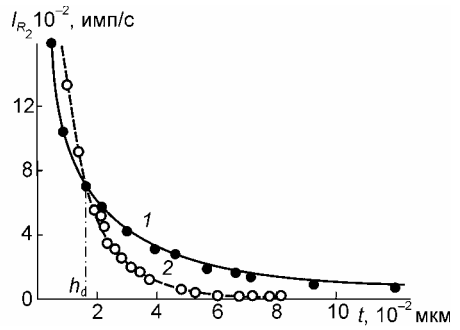


Рис. 5.11. Зависимость интегральной интенсивности рефлекса 220 от толщины для совершенного (кривая 1) при  $N_d=0$  и несовершенного при  $N_d=5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$  (кривая 2), кристаллов;  $\lambda_2=0,1132 \text{ нм}$ ,  $\mu_2=151,4 \text{ см}^{-1}$  (кривая 1 — расчет, выполненный для совершенного кристалла по формулам (19), (20) [19], точки — экспериментальные данные)

кристалла, приемлемо для описания эффекта АПРЛ (когда доминирующий вклад в потери энергии когерентно рассеянной волны вносят процессы поглощения на дефектах) и в так называемой переходной (промежуточной,  $0 < h < 10$ ) области толщин, когда процессы рассеяния и поглощения РЛ на структурных неоднородностях вносят соизмеримый вклад в ИИ.

Обсуждавшийся выше подход, основанный, по сути, на анализе разности ИКП для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , оказывается неприменимым при  $0 < h < 10$ , где зависимость  $\ln S(t)$  нелинейная и  $\mu_{ie}=f(t)$ . В этом случае целесообразно рассматривать толщинную зависимость только  $I_{R2}$  аналогично тому, как это сделано в работе [77]. Суть такого метода определения  $L$  и  $\mu_{ds}$  состоит в определении координаты точки пересечения  $h_0$  зависимостей ИИ от толщины совершенного ( $I_R^c$ ) и несовершенного ( $I_R^{\text{неcc}}$ ) кристаллов. В этом

случае для определения  $L$ ,  $\mu_{ds}$ , можно использовать систему уравнений вида

$$I_R^c(h_0) = I_R^{\text{hec}}(h_0); K = d \ln I_R^{\text{hec}}(h_0) / dh_0, \quad (5.30)$$

где первое уравнение означает равенство вкладов процессов поглощения и рассеяния энергии, а  $K$  — экспериментально определяемый наклон зависимости  $I_R^{\text{hec}}(t)$  в точке  $h_0$ . Решение системы (5.30) позволяет определить  $L$  и  $\mu_{ds}$  аналогично тому, как это сделано в [80].

В области слабого ( $h \leq 1$ ) поглощения, как видно из рис.5.11, наблюдается значительный прирост  $I_R^{\text{hec}}$  для совершенного кристалла по сравнению с приростом для совершенного кристалла за счет мощного некогерентного рассеяния РЛ на дислокациях, имеющего кинематический характер; зависимость  $I_R^c$  в данном случае согласно [75] может быть представлена в виде

$$I_R^{\text{hec}}(t) = I_B(\chi \exp(-L)) + [1 - \exp(-2L)]A(h)I_K, \quad (5.31)$$

где  $I_B$  — когерентная компонента ИИ, описывающая рассеяние на средней решетке;  $I_K$  — ИИ некогерентного (кинематического) рассеяния на искаженных участках решетки вблизи дислокаций; множитель  $[1 - \exp(-2L)]$  учитывает среднюю объемную долю сильно искаженной среды;  $A(h)$  — параметр, учитывающий динамические эффекты ДР, который в приближении тонкого кристалла принимается равным 1. Изменения  $I_R$  в дислокационном кристалле, связанные с заменой  $\chi$  на  $\chi \exp(-L)$  и с дополнительным поглощением за счет ДР ( $\exp(-\mu_{ds}t/\gamma)$ ) — при  $h < 1$  можно считать достаточно малыми и весь прирост ИИ можно отнести за счет диффузного рассеяния :

$$\begin{aligned} \Delta I_R^{\text{hec}}(t) &\equiv I_R^{\text{hec}} - I_B \approx I_K [1 - \exp(-2L)] = \\ &= Q t \gamma^{-1} [1 - \exp(-2L)] \exp(-h), \end{aligned} \quad (5.32)$$

где  $I_B = B \exp(-h)I_0(\varepsilon_0 \exp(-M)h)$ ;  $B = \text{Р}\pi |\chi_{rh}| / (2 \sin 2\theta_B)$ ,  $Q = \pi_2 |\chi_{rh}|^2 / (\lambda \sin 2\theta_B)$  – кинематическая рассеивающая способность среды за единицу длины;  $\chi_{rh}$  — действительная часть коэффициента Фурье поляризуемости среды;  $I_0(x) \approx 1 + x^2/4$  — функция Бесселя. Хотя такой подход не является достаточно строгим и базируется на целом ряде допущений, тем не менее, он позволил с необходимой точностью рассчитать из ИИ параметр  $L$  для ряда материалов (Si, GaAs, CdTe) в условиях слабого поглощения в работе [75].

В процессе эксперимента исследовались совершенный (бездислокационный) кристалл Ge (образец 1) и кристалл с хаотически распределенными дислокациями ( $N_d \approx 2.4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ , образец 2). Плотность дислокаций в них определялась с помощью избирательного травления. Толщинные зависимости интенсивностей измерялись с помощью ОКС при Лауэ-дифракции тормозного рентгеновского излучения с длинами волн  $\lambda_1 = 0,1108 \text{ нм}$ ,  $\lambda_2 = 0,1131 \text{ нм}$ , близкими к К-краю поглощения Ge ( $\lambda_K^{\text{Ge}} = 0,1116 \text{ нм}$ ), на кристаллографических плоскостях типа (110). Толщина кристаллов варьировалась химическим утонением образцов от 1220 до 70 мкм (рис. 5.12).

Для совершенного (бездислокационного) кристалла отмечено хорошее ( $\leq 5\%$ ) совпадение экспериментальных и теоретических значений ИИ, как в длинноволновой  $I_{R2}$  (рис. 5.12, кривые 1 и 3), так и в коротковолновой  $I_{R1}$  (рис. 5.13, кривая 1) областях. Это обстоятельство свидетельствует о корректности проведенных измерений и об отсутствии заметного влияния нежелательных инструментальных факторов [33,35].

Значение параметра  $A$  толщинной зависимости  $\ln S(t)$ , рассчитанное по экспериментальным данным (рис. 5.10), составляло соответственно 30,8 и 87,5  $\text{см}^{-1}$  для совершенного,  $A^c$  и несовершенного  $A^{\text{нec}}$  дислокационного образцов. Значение  $A^c$  оказалось близким к значению, полученному в [77], что также свидетельствует о корректности проведенных измерений. В табл.5.7 приведены результаты определения  $L$ ,  $\mu_{ds}$

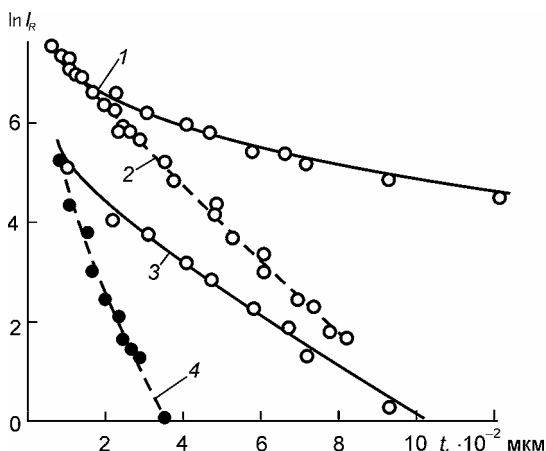


Рис. 5.12. Логарифмические зависимости интегральной интенсивности рефлекса 220 от толщины в коротковолновой  $I_{R1}$  и в длинноволновой  $I_{R2}$  областях вблизи К-края поглощения Ge для совершенного (кривые 1, 3, образец I) и дислокационного (кривые 2, 4, образец II) кристаллов: 1, 2 — соответствуют  $I_{R2}$ , 3, 4 —  $I_{R1}$ ; Кривые 1, 3 — расчетные данные, выполненные для совершенного кристалла

**Таблица 5.7**

*Параметры структурного совершенства  $L$  и  $\mu_{ds}$  дислокационных кристаллов, определенные тремя методами (1), (2), (3) при различных значениях параметра  $h$*

Параметр $h$	$L \cdot 10^2$	$\mu_{ds}, \text{см}^{-1}$
$h > 10$ (1)	4,1	64
$h < 1$ (2)	4,5	—
$1 < h < 10$ (3)	3,7	51

для кристалла Ge с  $N_d = 2,4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$  тремя независимыми методами:

1) регистрацией скачков интенсивности в области аномальной дисперсии в условиях сильного ( $h > 10$ ) поглощения (формула (5.17)), когда реализуется эффект АПРЛ и доминирующим процессом, влияющим на ИИ, является поглощение энергии на структурных неоднородностях ( $L = 4,1 \cdot 10^{-2}$ ,  $\mu_{ds} = 64 \text{ см}^{-1}$ );

2) анализом прироста  $\Delta I_R$  в условиях слабого ( $h < 1$ ) поглощения (формула (5.32)), когда преобладающим оказывается механизм некогерентного (кинематического) рассеяния на полях деформаций, обусловленный дислокациями ( $L = 4,1 \cdot 10^{-2}$ );

3) в промежуточной ( $1 < h < 10$ ) области толщин, когда сосуществуют и ока-

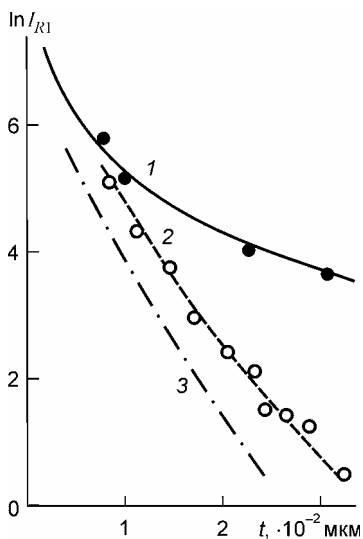


Рис. 5.13. Экспериментальные и расчетные зависимости  $\ln I_{R1}$  для совершенного (1) и дислокационного (2) кристаллов. Кривые 1 и 3 — расчетные данные для идеального и дислокационного ( $N_d = 5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ ) кристаллов, соответственно, точки — экспериментальные данные

какие-либо теоретические оценки для этого случая. Следует отметить, что экстинкционные потери энергии, связанные с рассеянием когерентной волны на дефектах и определяемые параметром  $\mu_{ds}$ , довольно значительны и составляют порядка 60% потерь за счет фотоэлектрического поглощения. Эти данные, полученные в приближении толстого кристалла, согласуются с известными данными из работы [78].

Значительный интерес представляет также сопоставление теоретических и экспериментальных зависимостей ИИ в кри-

зывают заметное влияние на дифракцию РЛ оба указанных механизма ( $L = 3,7 \cdot 10^{-2}$ ,  $\mu_{ds} = 51 \text{ см}^{-1}$ ).

Обращает на себя внимание тот факт, что все три значения параметра  $L \ll 1$ , что согласуется с [74,77]. Таким образом, несмотря на то обстоятельство, что поля деформаций вокруг дислокаций достаточно медленно убывают с увеличением расстояния от дефекта, эффективный радиус области искажения таков, что характеризующее их значение  $L$  оказывается сопоставимым со значением этого параметра для «кулоновских» дефектов высокой концентрации [30]. Кроме того, следует отметить, что все три значения  $L$  хорошо коррелируют между собой. Этот результат, по нашему мнению, свидетельствует о том, что представления о перенормированном  $L$  для кристалла с дислокациями остаются в силе и в условиях эффекта Бормана, несмотря на тот факт, что в настоящее время отсутствуют ка-

сталлах с хаотически распределенными дислокациями в широком диапазоне варьирования  $h$  — в условиях как сильного, так и слабого поглощения. Так, в случае  $h < 1$  наблюдалось хорошее совпадение экспериментальных значений  $I_R$  с расчетными, выполненными согласно [30] с использованием экспериментально определяемых  $L$ ,  $\mu_{ds}$ . Интересно отметить, что такое же хорошее совпадение наблюдалось и для монокристаллов Si с хаотически распределенными ростовыми дислокациями ( $N_d \approx 5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ ) [75]. Однако такой же расчет ИИ по формулам динамической теории рассеяния реальным кристаллом с учетом влияния  $L^*$  на ИКП, выполненный для толстого кристалла в предположении чисто кинематического характера диффузной компоненты ( $A(h)=1$ ) (кривая 3 рис.5.13), дает сильно заниженные значения  $I_R$  по сравнению с экспериментальными данными (кривая 2), хотя наклон расчетной зависимости к оси абсцисс, определяющий ИКП, весьма близок к экспериментальному. Последний факт может свидетельствовать о том, что в указанном интервале толщин диффузная компонента ИИ, возникающая на полях деформаций, окружающих дислокации, распространяется в искаженной решетке интерференционным способом, «приспосабливаясь» к средней периодичности среды. Из этого результата вытекает настоятельная потребность развития динамической теории рассеяния излучений «толстыми» дислокационными кристаллами.

### **5.8. Влияние поверхностных слоев с сильно нарушенной структурой на динамическое рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения Ge**

Известно, что механическая обработка поверхности монокристаллов (резка, шлифовка, полировка), которая неминуемо сопровождает производство полупроводниковых приборов, в той или иной мере всегда приводит к изменению поверхностных электрических свойств [79]. Это заставляет применять раз-

личные химические растворители для устранения механически поврежденного слоя кристалла. В процессе травления необходимо знать характер повреждений и глубину их залегания, чтобы потери ценных полупроводниковых материалов были минимальными. Проблеме исследования повреждений поверхности полупроводников при механической обработке кристаллов посвящено значительное количество работ [80—85]. Методы исследования, которые применялись в этих работах, по-разному чувствительны к дефектам, вследствие чего найденные значения глубины поврежденного слоя значительно отличаются друг от друга. В случае Ge глубина залегания повреждений примерно равна диаметру частиц абразивного материала.

Целью настоящих экспериментов [86] было исследование дефектов в поврежденном механической обработкой слое Ge, а также влияние термообработки на совершенство этого слоя. Исследования выполнялись путем анализа характера поведения скачков интенсивностей РЛ вблизи К-края поглощения.

Влияние шлифовки кристалла на величину интенсивности вблизи К-края поглощения рентгеновских лучей было выявлено при брегговской дифракции [85]. Однако глубина поврежденного слоя кристалла в этом случае не определялась. В настоящих экспериментах была сделана попытка оценить структурное совершенство поврежденного слоя и определить его глубину методом скачков интенсивности в случае Лауэ-дифракции. На рис.5.14 приведены спектры, полученные от совершенного травленного кристалла (исходное состояние) и от образца, шлифованного абразивным порошком, при Лауэ-дифракции тормозного излучения в области длин волн вблизи К-края поглощения Ge [86]. Видно, что шлифовка поверхности образца влияет на интенсивности  $i_1$  и  $i_2$  непрерывного спектра вблизи К-края поглощения, что приводит к изменению отношения  $i_2/i_1$ . Упрощенная модель кристалла Ge с поврежденным слоем толщиной  $t$  показан на рис. 5.15. Предполагалось, что в результате шлифовки в поверхностном слое кристалла возникают пла-

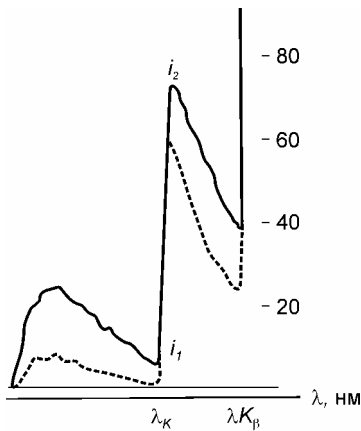


Рис. 5.14. Влияние механической обработки поверхности Ge на скачки интенсивностей вблизи К-края поглощения: сплошная кривая — исходное состояние, штриховая — шлифовка абразивом с частичками  $D=5\text{мкм}$

огласно [15] может быть записана в виде

$$i_D = I_0 \exp\left(-\frac{\mu_i d}{\sin \alpha}\right) K, \quad (5.33)$$

где  $\mu_i$  — интерференционный коэффициент поглощения в совершенной кристаллической матрице,

$$K = \sqrt{2\pi} |\chi_{rh}| e^{-M} \sqrt{2\pi k d |\chi_{rh}| e^{-M}} 4 \sin \vartheta,$$

где  $k = 1/\lambda$ , а мнимая и действительная части функции  $\chi$  выражаются через соответствующие части структурных факторов

стически и упруго деформированные участки. Этими дефектами в кристаллах с механически обработанной поверхностью обусловлено значительное расширение кривых качания двукристалльного спектрометра по сравнению с величинами кривых качания для травленных кристаллов. Сообщалось также об однородном упругом изгибе кристалла, шлифованного с одной стороны [82]. Перечисленные факты дают основание считать, что шлифованный поверхностный слой является очень поврежденным, вследствие чего поглощение РЛ в нем можно характеризовать коэффициентом нормального фотоэлектрического поглощения  $\mu_n$ .

Интенсивность интерференционного прохождения РЛ в совершенном кристалле толщиной  $d$  со-



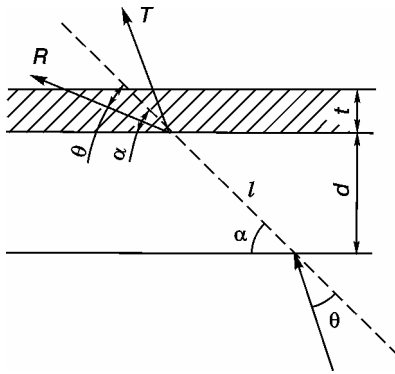


Рис. 5.15. Схема прохождения РЛ сквозь кристалл с нарушенной поверхностью в случае Лауэ-дифракции (штриховая линия — след плоскости дифракции, заштрихованный участок — нарушенная часть кристалла)

$$\chi = -\frac{e^2 F}{\pi m v^2 V}; I_0 \text{ и } \nu \text{ — соответ-}$$

ственно интенсивность и частота рентгеновских лучей, которые падают на кристалл под углом  $\vartheta$  к некоторой плоскости  $hkl$ ;  $e$  и  $m$  — заряд и масса электрона;  $V$  — объем элементарной ячейки. В поврежденной поверхностной части кристалла толщиной  $t$  излучение дополнительно ослабляется по закону  $\exp\left(-\frac{\mu_n t}{\sin(\vartheta + \alpha)}\right)$  и результирующая интенсивность лучей после прохождения кристалла с нарушенным слоем

$$i_n = I_0 \exp\left(-\frac{\mu_i d}{\sin \alpha}\right) K \exp\left(-\frac{\mu_n t}{\sin(\vartheta + \alpha)}\right). \quad (5.34)$$

Написав такие выражения соответственно для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  непрерывного спектра вблизи К-края поглощения  $\lambda_k$  ( $\lambda_1 < \lambda_k < \lambda_2$ ) и взяв логарифм их отношения, для скачка интенсивности в несовершенном (с нарушенным слоем) кристалле с поврежденным слоем получим

$$\ln\left(\frac{i_{2\text{нec}}}{i_{1\text{нec}}}\right) = \ln S_{\text{нec}} = \ln S_c + \frac{(\mu_{1n} - \mu_{2n})t}{\sin(\vartheta + \alpha)}, \quad (5.35)$$

где

$$\ln S_c = \ln \frac{i_{2c}}{i_{1c}} = (\mu_{i1} - \mu_{i2})d + \frac{1}{2} \ln\left(\frac{\chi_{ih1}}{\chi_{ih2}}\right) \quad (5.36)$$

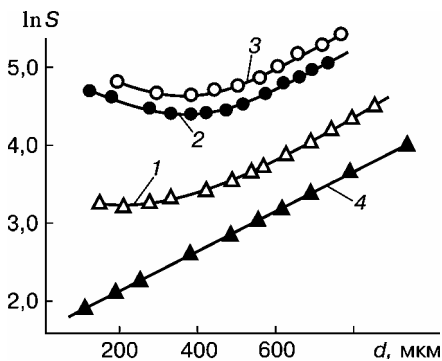


Рис. 5.16. Влияние механической обработки поверхности Ge на  $\ln S=f(d)$  при шлифовке абразивными порошками с разным диаметром частиц: кривая 1 — 5 мкм, кривая 2 — 10 мкм, кривая 3 — 20 мкм, кривая 4 — исходное состояние

давался при шлифовке образцов абразивными порошками с диаметром  $D$  частиц 5, 10 и 20 мкм. Как видно из рис. 5.16., смещение  $\ln S_{\text{нec}} = f(d)$  относительно  $\ln S_c = f(d)$  растет с увеличением  $D$ .

Глубину поврежденного слоя  $t$  можно определить только в интервале изменений  $d$ , где  $\ln S_{\text{дис}} = f(d)$  имеет линейный участок, по формуле

$$t = \frac{\ln S_{\text{нec}} - \ln S_c}{\mu_{1n} - \mu_{2n}} \sin(\alpha + \vartheta), \quad (5.37)$$

где  $\vartheta = \frac{\vartheta_1 + \vartheta_2}{2}$ .

Из (5.37) вытекает, что для определения  $t$  необходимо знать разность значений скачков интенсивности в случаях нарушенного и идеального кристаллов, а также разность нормальных фотоэлектрических коэффициентов поглощения  $\mu_n$ . Для длин волн  $\lambda_1 = 0,1095$  нм и  $\lambda_2 = 0,1137$  нм в наших экспериментах,

— является логарифмом скачка интенсивностей для совершенного кристалла с травленной поверхностью. При выводе (5.35) считали, что поскольку  $\lambda_1 \approx \lambda_2$ , то  $I_{01} \approx I_{02}$  и  $K_1 \approx K_2$ .

Выражение (5.35) графически представляет собой прямую линию, смещенную относительно прямой  $\ln S_c = f(d)$ , для толщины кристалла  $d > 500$  мкм (рис. 5.16). При  $d < 500$  мкм наблюдается отклонение зависимости  $\ln S_{\text{нec}} = f(d)$  от линейной с постепенным переходом на участок, параллельный оси абсцисс. Повреждение поверхности создалось при шлифовке образцов абразивными порошками с диаметром  $D$  частиц 5, 10 и 20 мкм.

соответственно,  $\mu_{1n} = 1008 \text{ см}^{-1}$  и  $\mu_{2n} = 160 \text{ см}^{-1}$ . В табл. 5.8 приведены значения  $t$  для кристаллов Ge, обработанных шлифованием абразивными порошками с разными диаметрами частиц. Видно, что глубина нарушенного слоя немного превышает диаметр  $D$ . Приведенные данные согласуются с данными полученными другими исследователями. Таким образом, с помощью предложенной методики получено оптимальное значение  $t$ .

**Таблица 5.8**

*Глубина нарушенного слоя  $t$  при шлифовке кристалла разными абразивными порошками*

Номер эксперимента	Диаметр $D$ частиц порошка, мкм	$\ln S_{\text{Hec}} - \ln S_{\text{C}}$	$t$ , мкм
1	5	0,68	7,7
2	5	0,60	7,0
3	5	0,62	7,0
4	10	1,60	18,0
5	10	1,06	12,0
6	10	1,1	12,3
7	20	1,6	18,0
8	20	1,6	18,0
9	20	1,83	21,5

Как уже упоминалось, в случае кристаллов с поврежденной поверхностью толщиной  $d < 500$  мкм наблюдается существенное отклонение зависимости  $\ln S_{\text{Hec}} = f(d)$  от линейной. Можно было предположить, что этот эффект обусловлен влиянием на скачок интенсивности упругого изгиба нарушенного кристалла. Влияние упругих деформаций в реальном кристалле, которое может повлиять на ход зависимости  $\ln S_{\text{Hec}} = f(d)$  будет детально обсуждаться в следующем параграфе.

Одной из задач проведенных в [86] экспериментов [86] было также выяснение влияния термообработки на дефекты в поврежденном слое кристалла. Образцы, поверхность которых была повреждена шлифованием абразивом с диаметром частиц

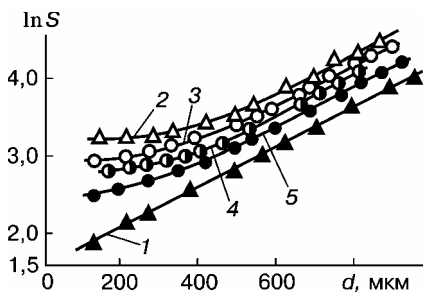


Рис. 5.17. Влияние термообработки на дефекты в нарушенном слое кристалла : (кривая 1) — исходное состояние; (кривая 2) — шлифовка абразивом с  $D = 5$  мкм; (кривая 3) — отжиг при 300 °С (6 ч); (кривая 4) — отжиг при 500 °С (6 ч); (кривая 5) — отжиг при 900 °С (6 ч)

нагрева. Синхронно происходит релаксация упругих напряжений, что проявляется в уменьшении «высоты» горизонтального участка зависимости  $\ln S_{\text{нec}} = f(d)$ . Отжиг при температурах 500 и 900 °С не привел к ожидаемому развитию пластической деформации в кристаллической матрице, а содействовал уменьшению глубины поврежденного слоя, возможно, за счет выхода части дислокаций на поверхность образца. Таким образом, если пластическая деформация и развивалась в какой-то мере в отдельных участках вблизи поверхностного слоя во время отжига, то эффективная толщина очень поврежденного слоя уменьшалась. Проведенные эксперименты показали, что термообработка кристаллов с поврежденной механической обработкой поверхностью существенным образом повышает степень структурного совершенства нарушенного слоя и матрицы кристалла. Полной ликвидации дефектов в нарушенном слое при этом не наблюдается.

$D = 5$  мкм, нагревались в течение 6 ч при 300, 500, 900 °С. Температуры нагрева были выбраны таким образом, чтобы образцы отжигались в интервалах проявления преимущественно упругих или пластических свойств Ge [87].

На рис. 5.17 показано влияние термообработки на дефекты в поврежденном слое и в остальной части кристалла. Видно, что глубина поврежденного слоя уменьшается по мере увеличения температуры нагрева. Пластическая деформация в этом слое уменьшается при всех температурах

В результате проведенных измерений интенсивностей РЛ в области аномальной дисперсии [86] были получены следующие выводы .

1. Показано, что в случае кристаллов с поверхностью, поврежденной механической обработкой, в определенном интервале толщин зависимость  $\ln S_{\text{нес}} = f(d)$ , измеренная при Лауэ-дифракции РЛ, линейна. Функция  $\ln S_{\text{нес}}$  для поврежденного кристалла смещена вдоль оси ординат относительно функции  $(\ln S_p)$  для совершенного кристалла и это смещение пропорционально уровню повреждений.

2. Предложен новый метод определения глубины нарушенного механической обработкой слоя вблизи поверхности Ge. Определены глубины этого слоя при шлифовании Ge абразивными порошками с различными диаметрами частичек.

3. Предложена модель нарушенного поверхностного слоя, который состоит из областей с неоднородной упругой деформацией вблизи неровностей поверхности и участков с пластической деформацией.

4. Отжиг кристаллов с поврежденной поверхностью при высоких температурах приводит к частичной ликвидации дефектов в нарушенном слое. При этом в нарушенном слое по-видимому уменьшается уровень как упругой, так и пластической деформации. Отжиг при 900°C на протяжении 6 ч полностью не ликвидирует упругих деформаций в кристалле, а уровень пластических деформаций в указанном слое существенным образом снижается.

## **5.9 Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на упругих искажениях решетки вблизи К-края поглощения Ge**

Исследование упругих деформаций в монокристаллах представляет большой научный и практический интерес. Прежде всего, следует отметить, что этот вид искажения кристаллической решетки оказывает заметное влияние на электрофизиче-

ские свойства полупроводников [88]. Упругие деформации возникают на различных этапах изготовления полупроводниковых приборов. Во всех случаях упругая деформация обнаруживается и с помощью рентгеновских дифракционных методов. Поэтому исследование распространения и поглощения энергии рентгеновских волновых полей в упруго деформированных кристаллах имеет важное практическое значение. К настоящему времени накоплен значительный теоретический и экспериментальный материал, касающийся указанных вопросов.

В работах [89, 90] было показано, что интенсивность дифракционных максимумов при Лауэ-дифракции определяется двумя параметрами — интерференционным коэффициентом поглощения (ИКП)  $\mu_i$  и миграционным множителем  $\alpha$ . Оба эти параметра являются функциями величины упругой деформации  $\epsilon$ . При этом оказалось, что экспериментальные зависимости  $\alpha$  и  $\mu_i$  от  $\epsilon$  отличаются от соответствующих зависимостей, установленных теорией.

Целью настоящих исследований [91] было выяснение влияния упругих искажений кристалла на динамическое рассеяние РЛ в области аномальной дисперсии в Ge. Постановка таких экспериментов была вызвана необходимостью объяснения влияния искажений, связанных с односторонней абразивной обработкой поверхности образца, на отношение интенсивностей (их скачки) при Лауэ-дифракции для длин волн вблизи К-края поглощения Ge. Известно, что при односторонней шлифовке пластины последняя испытывает упругий изгиб [92]. Кроме того, можно было надеяться, что при изучении ДРРЛ вблизи К-края поглощения в упруго изогнутых образцах будут выяснены некоторые особенности поведения интенсивностей Лауэ-дифрагированных лучей в кристаллах с таким видом искажений решетки.

Интенсивности Лауэ-дифрагированных лучей в упруго изогнутом кристалле согласно [89,90] может быть записана в виде

$$I_D = I_0 \exp(-\mu_i^d t) \alpha(\epsilon) (\chi_{ih})^{1/2} Q, \quad (5.38)$$

где  $I_0$  — интенсивность рентгеновских лучей, падающих на кристалл под углом Вульфа — Брэгга  $\vartheta$ ;  $t$  — толщина образца;  $Q$  — множитель, объединяющий все факторы интенсивности динамического рассеяния кристаллом, не зависящие от упругой деформации; миграционный фактор  $\alpha$  и коэффициент поглощения  $\mu_i$  зависят от уровня упругой деформации изогнутого кристалла через параметр эффективности деформации

$$q = \frac{2\varphi\varepsilon \cdot tg \vartheta}{\chi_{rh}} \left[ 1 + (1 + \nu) \cos^2 \vartheta \right], \quad (5.39)$$

где  $\varepsilon = t/2R$  — максимальная деформация на поверхности кристалла с радиусом изгиба  $R$ ;  $\nu$  — коэффициент Пуассона;  $\chi_{rh}$  — действительная часть коэффициента Фурье диэлектрической восприимчивости кристалла. Зависимость параметра ИКП зависит от  $q$  и от мнимой части коэффициента Фурье диэлектрической восприимчивости  $\chi_{ih}$  для  $h$ -го отражения определяется согласно формуле

$$\mu_i = \frac{\mu}{\cos \vartheta} \left[ 1 - \frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}} \left( 1 - \frac{q^2}{6} \right) \right]. \quad (5.40)$$

Параметр  $\chi_{ih}$ , как известно, зависит от длины волны  $\lambda$  и нормального коэффициента фотоэлектрического поглощения  $\mu$  ( $\chi_{i0} = \mu\lambda / 2\pi$ ). Миграционный множитель  $\alpha$  является сложной функцией параметра эффективности деформации и выражается согласно [90,93] через полные эллиптические функции первого  $E(k)$  и второго  $K(k)$  порядков некоторой величины  $A'$ , связанной с  $\varepsilon$  и  $\chi_{rh}$ :

$$\alpha(\varepsilon) = \frac{\pi}{2} \left[ \sqrt{A' + 4E(k)} - \frac{2}{\sqrt{A' + 4}} K(k) \pm \sqrt{A'} \right], \quad (5.41)$$

где  $k = \sqrt{\frac{A'}{A' + 4}}$ .

Используя соотношение (5.38) для длин волн  $\lambda_1 < \lambda_K$  и  $\lambda_2 > \lambda_K$  вблизи К-края поглощения Ge ( $\lambda_K = 0,1116$  нм), напишем выражение для логарифма скачка  $S = i_2 / i_1$ , ( $i_2 / i_1$ , — отношение интенсивностей вблизи К-края поглощения):

$$\ln S = \ln \frac{i_2}{i_1} = (\mu_{i_1}^n - \mu_{i_2}^n)t + \frac{1}{2} \ln \frac{\chi_{ih1}^n}{\chi_{ih2}^n} + \ln \frac{\alpha_2(\epsilon / \chi_{rh2})}{\alpha_1(\epsilon / \chi_{rh1})}. \quad (5.42)$$

В соотношении (5.42)  $\mu_{i_1}^n - \mu_{i_2}^n = A^n$  представляет собой разность ИКП изогнутого (деформированного) кристалла, которая согласно (5.40) является функцией параметра  $q$ . Последние два члена в выражении (5.42) представляют собой величину  $B^n$  (отрезок, отсекаемый на оси ординат графиком функции  $\ln S = f(t)$  для упруго изогнутого кристалла, которая после простых преобразований может быть записана в виде

$$B^n = \frac{1}{2} \ln \frac{\chi_{rh1}}{\chi_{rh2}} + \frac{1}{2} \ln \frac{\left(1 - \frac{q_1^2}{6}\right)}{\left(1 - \frac{q_2^2}{6}\right)} + \ln \frac{\alpha_2(\epsilon / \chi_{rh2})}{\alpha_1(\epsilon / \chi_{rh1})}. \quad (5.43)$$

Поскольку  $\frac{1}{2} \ln \frac{\chi_{ih1}}{\chi_{ih2}} = B$  для совершенного кристалла, то

$$\Delta B = B^n - B = \frac{1}{2} \ln \frac{\left(1 - \frac{q_1^2}{6}\right)}{\left(1 - \frac{q_2^2}{6}\right)} + \ln \frac{\alpha_2(\epsilon / \chi_{rh2})}{\alpha_1(\epsilon / \chi_{rh1})}. \quad (5.43a)$$

Из формулы (5.42) следует, что скачок интенсивности вблизи К-края поглощения должен зависеть от  $\epsilon$  вследствие одновременного изменения параметров  $A^n$  и  $B^n$ . Учитывая характер изменения  $A^n$  и  $B^n$  в зависимости от  $\chi_{rh}$ , можно считать, что влияние  $\epsilon$  на  $B^n$  будет незначительным, поскольку вблизи К-края  $\chi_{rh1}$  и  $\chi_{rh2}$  близки



[18]. В таком случае по мере роста  $\epsilon$  должно изменяться только значение  $A^d$ .

Экспериментальная методика была основана на использовании однокристалльного спектрометра для измерений интенсивностей Лауэ-дифракции вблизи К-края поглощения [33], а также на определении упругой деформации  $\epsilon$  с помощью механического изгиба кристалла, радиус кривизны которого связан с нагрузкой  $P$ , задаваемой с помощью гирь различного веса [89,90]:

$$\epsilon = \frac{12Pa}{Ect^2}, \quad (5.44)$$

где  $E$  — модуль Юнга,  $a$  — расстояние между изгибающими ножами;  $c$  и  $t$  — ширина и толщина образца. Измерения интенсивностей были проведены на длинах волн  $\lambda_1 = 0,1094$  нм и  $\lambda_2 = 0,1139$  нм вблизи К-края поглощения Ge для отражений  $\bar{2}20$  и  $\bar{2}\bar{2}0$ , что соответствовало случаям положительных ( $\epsilon > 0$ ) и отрицательных ( $\epsilon < 0$ ) деформаций.

Рассмотрим кратко полученные результаты. Прежде всего, отметим, что характер поведения интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  в зависимости от уровня деформации  $\epsilon$  полностью соответствовал приближению толстого кристалла [89]. Как для  $i_1$ , так и для  $i_2$  было установлено наличие максимума в области положительных деформаций. По данным экспериментальных значений  $i_1$  и  $i_2$  были вычислены значения  $S = i_2 / i_1$  и построены функции  $\ln S = f(\epsilon)$ , которые представлены на рис. 5.18, откуда видно, что по мере роста деформации  $\epsilon$  увеличивается  $\ln S$  как при  $\epsilon < 0$ , так и при  $\epsilon > 0$ . Функция  $\ln S = f(\epsilon)$  оказывается асимметричной по отношению к недеформированному состоянию,  $\epsilon = 0$ . Таким образом, деформация существенным образом сказывается на величине отношения интенсивностей Лауэ-дифрагированных лучей вблизи К-края поглощения Ge. В связи с этим становятся понятными результаты, касающиеся обсуждавшихся в предыду-

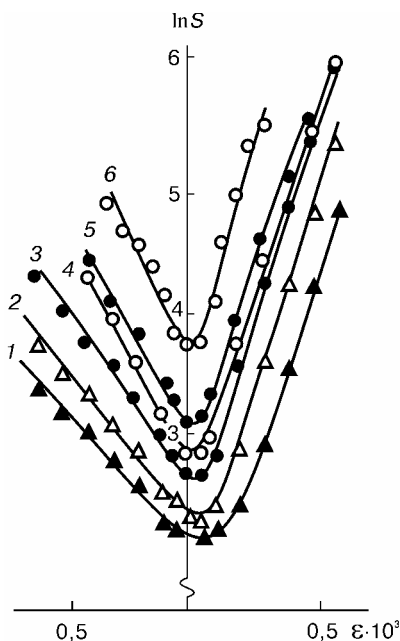


Рис. 5.18. Зависимость логарифма скачка интенсивности у К-края поглощения от деформации для кристаллов различной толщины: 1 —  $t = 380$  мкм; 2 — 520 мкм; 3 — 590 мкм; 4 — 650 мкм; 5 — 740 мкм; 6 — 935 мкм

волн был записан спектр тормозного излучения трубки при Лауэ-дифракции в образце толщиной 520 мкм (рис. 5.19). Видно, что по сравнению с недеформированным кристаллом (рис. 5.19, а) спектр деформированного образца при  $\epsilon < 0$  (рис. 5.19, б) характеризуется резким уменьшением интенсивностей дифрагированных волн на всех длинах волн, а при  $\epsilon > 0$  (рис. 5.19, в) — только в коротковолновой области. В остальных участках спектра при  $\epsilon > 0$  наблюдался

шем параграфе исследований влияния односторонней шлифовки кристалла на  $\ln S$  [86]. Так до определенной толщины образца ( $t \sim 500$  мкм), пока уровень упругих напряжений в поврежденном слое оказывается недостаточным для изгиба образца, все изменения  $\ln S$  в шлифованном образце связаны только с наличием разупорядоченного слоя, коэффициент поглощения которого равен  $\mu$ . При этом поглощение энергии в нарушенном слое по закону фотоэлектрического поглощения приводит к параллельному смещению функции  $\ln S = f(t)$  по сравнению со случаем идеального кристалла. Если  $t < 500$  мкм, то упругие напряжения вызывают изгиб образца, что проявляется в резком росте зависимости  $\ln S = f(t)$  и отклонении ее от линейного закона.

Для выяснения характера влияния упругих деформаций на ДРРЛ на упругих искажениях решетки в широком интервале длин

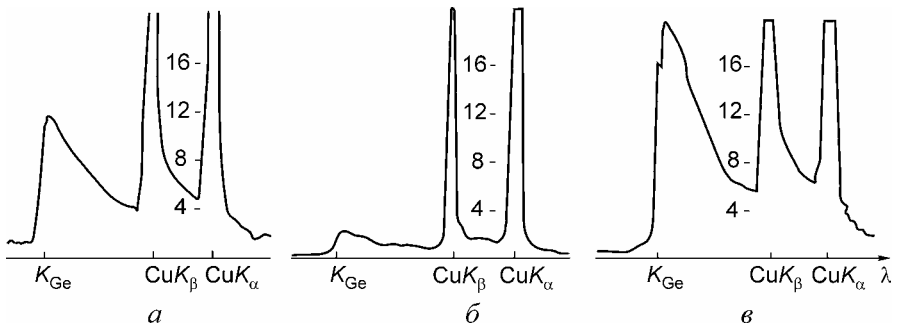


Рис. 5.19. Влияние упругой деформации на форму Лауэ-дифрагированного спектра трубки у К-края поглощения Ge: *a* — недеформированный кристалл, *б* и *в* — деформированный кристалл соответственно для  $\epsilon < 0$  и  $\epsilon > 0$

рост интенсивности. Спектр при  $\epsilon > 0$  был записан для  $\epsilon = \epsilon_{кр}$ , что соответствовало максимуму интенсивности  $i_2$ . Такая трансформация спектра характерна только для  $\epsilon = \epsilon_{кр}$ . Резюмируя эти результаты, укажем, что влияние упругой деформации на интенсивности Лауэ-дифрагированных лучей многообразно и зависит как от знака и значения деформации, так и от длины волны излучения. Эти результаты полностью согласуются с данными о влиянии параметра  $\mu$ , на характер кривых  $\ln i = f(\epsilon)$  [89].

По данным функций  $\ln S = f(\epsilon)$  были построены зависимости  $\ln S = f(t)$  при  $\epsilon_{max} = \text{const}$ , приведенные на рис. 5.20, для  $\epsilon > 0$ . Аналогичный характер имеют указанные зависимости для  $\epsilon < 0$ . Видно, что экспериментальные значения  $\ln S$  удовлетворительно описываются линейной функцией толщины. Линейность  $\ln S = f(t)$  при  $\epsilon_{max} = \text{const}$  следует также из линейности соответствующих зависимостей  $i_1 = f(t)$  и  $i_2 = f(t)$ , которые из соображений краткости изложения материала не приводятся. Из рис. 5.20 видно, что наклон кривых  $\ln S = f(t)$  к оси ординат, который определяет параметр  $A^{\Delta}$ , монотонно увеличивается с ростом  $\epsilon$ . Отрезок, отсекаемый графиком  $\ln S = f(t)$  на оси ординат (параметр  $B^{\Delta}$ ), также монотонно растет с увеличением  $\epsilon$ . Зависимости  $A^{\Delta}$  и  $B^{\Delta}$  от уровня деформации

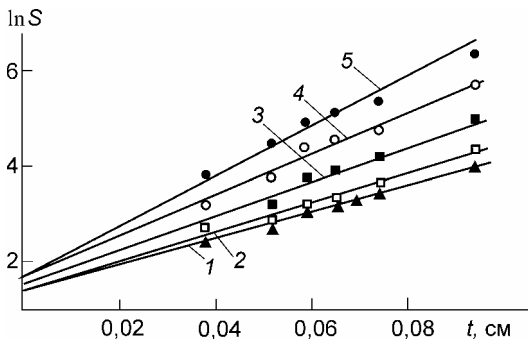


Рис. 5.20. Функция  $\ln S = At + B$  для различных значений  $\epsilon_{\max}$  1 — исходное состояние; 2 —  $\epsilon_{\max} = 0,5 \cdot 10^{-4}$ , 3 —  $0,75 \cdot 10^{-4}$ , 4 —  $1 \cdot 10^{-4}$ , 5 —  $\epsilon_{\max} = 0,15 \cdot 10^{-4}$

показаны соответственно на рис. 5.21, а и 5.21, б. Оба графика асимметричны по отношению к значению  $\ln S$  для исходного состояния кристалла, что не объясняется зависимостью значения  $\chi_{rh}$  от знака  $q$  в (5.39). Численные значения параметров  $A$  и  $B$ , обработанные методом наименьших квадратов, приведены в табл. 5.9.

Анализируя полученные результаты исследования ДРРЛ на упругих искажениях решетки при дифракции на длинах волн вблизи К-края поглощения Ge, отметим, что значение отношения  $i_2/i_1$  определяется обоими параметрами  $A$  и  $B$ , что характерно не для всех видов структурных искажений в кристалле. Например, при изучении влияния на  $\ln S$  тепловых колебаний решетки было обнаружено увеличение с ростом температуры только параметра  $A$  (параграфы 5.3, 5.4).

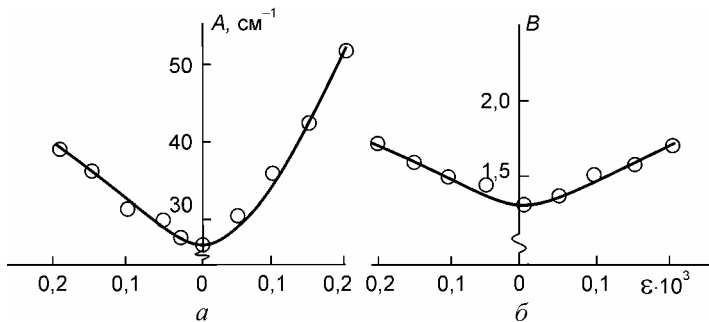


Рис. 5.21. Зависимости  $A = f(\epsilon)$  (а) и  $B = f(\epsilon)$  (б)

Таблица 5.9

Значения параметров  $A$  и  $B$  при различных уровнях упругой деформации [91]

$\varepsilon \cdot 10^3$	Знак деформации	$A, \text{см}^{-1}$	$B$	$\varepsilon \cdot 10^3$	Знак деформации	$A, \text{см}^{-1}$	$B$
0	—	26,50	1,39	0,15	+	42,0	1,65
0,05	+	31,05	1,30	0,15	—	35,24	1,67
0,05	—	29,30	1,48	0,20	+	42,80	2,15
0,1	+	39,70	—	0,20	—	39,50	1,68
0,1	—	31,90	1,61		—	—	—

Обнаруженное нами увеличение параметра  $A$  с ростом уровня деформации  $\varepsilon$  качественно согласуется с выводами теории, поскольку последняя объясняет влияние деформации на ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ . Рост же второго параметра в искаженных кристаллах (см. параграфы 5.3, 5.5) связывался только с наличием в кристаллической матрице диффузно рассеивающих областей (дислокаций, примесных кластеров), появление которых в упруго деформированных образцах исключено.

### 5.10 Рассеяние рентгеновских лучей в бинарных кристаллах (GaAs, CdTe), не содержащих дислокаций

С целью обобщения результатов, полученных при изучении динамического рассеяния РЛ в кристаллах Ge, сильно легированных As, было изучено влияние дефектов, возникающих при распаде пересыщенного твердого раствора Te в GaAs на интенсивность АПРЛ с различными длинами волн, включая область длин волн вблизи  $\lambda_{\text{K Ga}}$  и  $\lambda_{\text{K As}}$ . Поскольку в параграфе 5.5 рассматривался только вклад диффузного рассеяния в ИКП без анализа природы образовавшихся дефектов, в настоящих ис-

следованиях ставилась задача, используя теорию Дедерихса для ДР, определить тип дефектов.

Система GaAs—Te представляла интерес для исследований, потому что согласно данным электронной микроскопии [94, 95] при нагревании таких кристаллов образуются дислокационные петли и кластеры, подробно описанные ранее в системе Ge—As. Кроме того, для кристаллов GaAs, как об этом уже упоминалось в гл. 4, можно построить две зависимости  $\ln S = At + B$  и изучение влияния дефектов на эти функции представляло интерес для обобщения развитой методики на случай двух скачков интенсивностей, т.е. способствовало бы получению более достоверных результатов.

Для экспериментов [96] был выбран бездислокационный кристалл GaAs, легированный Te до концентрации  $n$  порядка  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ . Отжиги таких образцов при температуре  $730^\circ \text{C}$  в течение 10 и 20 ч приводили к заметному изменению интенсивности АПРЛ. Образцы для измерений вырезались перпендикулярно оси роста [111], что позволяло получать симметричные Лауэ-отражения от плоскостей  $(\bar{1}10)$  и  $(\bar{2}11)$ . Интенсивность АПРЛ  $\text{CuK}_\alpha$ - и  $\text{CuK}_\beta$ -излучений измерялась для рефлексов  $\bar{2}20$ ,  $\bar{4}40$  и  $\bar{4}22$ . Кроме того, при отражении  $\bar{2}20$  измерения проводились с использованием непрерывного спектра с длинами волн  $\lambda_1 = 0,1026 \text{ нм}$  и  $\lambda_2 = 0,1063 \text{ нм}$  (вблизи  $\lambda_K \text{ As}$ ), а также  $\lambda_3 = 0,1075 \text{ нм}$  и  $\lambda_4 = 0,1216 \text{ нм}$  (вблизи  $\lambda_K \text{ Ga}$ ). Периодическая проверка интенсивностей  $220$  и  $\bar{2}20$  Лауэ-отражений показала их равенство, что свидетельствовало об отсутствии упругих деформаций в образцах после проведенных термообработок. На топограммах отоженных образцов были обнаружены достаточно протяженные участки, на которых в пределах разрешения метода не были обнаружены существенные нарушения структуры. Именно эти участки использовались далее для количественных исследований.

Результаты измерений интенсивностей для указанных выше длин волн и отражений можно использовать, с одной стороны,

для проверки теории Дедерихса о влиянии ДР на динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах с дислокационными петлями и кластерами [22], с другой стороны, используя развитую нами методику “скачков интенсивностей” вблизи  $\lambda_K$  Ga и  $\lambda_K$  As, можно сделать заключение о характере возникающих дефектов, как это показано в нашей работе [103].

Вклад ДР в ИКП в модели кластеров теория Дедерихса описывает с помощью формул (5.7) и (5.8) (параграф 5.1). Наиболее существенным различием соотношений (5.7) и (5.8), которые пропорциональны  $\lambda^2$ ,  $H^2$ ,  $F_{rh}$ , является их зависимость от угла Брэгга. Выражение (5.8) обращается в 0, когда  $\theta \rightarrow 90^\circ$ , в то время как (5.7) стремится к некоторому пределу. Это обстоятельство содержит в себе возможность анализа причин появления диффузного рассеяния в кристалле. Из формул (5.7) и (5.8) найдем приросты  $\Delta\mu^{(ds)}$  при увеличении степени нарушенности кристалла. Для второй модели с концентрацией кластеров точечных дефектов  $n_{2K}$   $C_2$  и  $n_{1K}$   $C_1$  соответственно при двух различных уровнях степени нарушенности кристалла :

$$\Delta\mu^{(ds)} = \frac{\pi}{V_c} \left[ \frac{H}{K} \frac{e^2}{mc^2} PF_{rh} e^{-(M+L)} \right]^2 \left( \frac{4\pi Z \cos \theta}{V_c} \right)^2 \ln \Lambda (n_{2K} C_2 - n_{1K} C_1). \quad (5.45)$$

Для модели петель

$$\Delta\mu^{(ds)} = \frac{\pi}{V_c} \left[ \frac{H}{K} \frac{e^2}{mc^2} PF_{rh} e^{-(M+L)} \right]^2 \times \left( \frac{\pi^2 b^2}{V_c^2} \right)^2 \frac{\ln \Lambda}{15} (8 + W \cos^2 \theta) [C_{2\Pi} R_{2\Pi}^4 - C_{1\Pi} R_{1\Pi}^4], \quad (5.46)$$

где  $W = (3v^2 + 6v - 1)/(1 - v)^2$ , а  $C_{1\Pi}$   $R_{1\Pi}$  и  $C_{2\Pi}$   $R_{2\Pi}$  — соответственно концентрация и размер петель при двух различных уровнях степени нарушенности кристалла.

Если измерения проводились с использованием одной длины волны для различных отражений  $hkl$ , то отношение приростов  $\Delta\mu^{(ds)}$  запишется следующим образом:

для кластеров

$$\frac{\Delta\mu_{h_1k_1l_1}^{(ds)}}{\Delta\mu_{h_2k_2l_2}^{(ds)}} = \frac{f_{rh_1}^2 H_1^2 \cos^2 \theta_{h_1k_1l_1}}{f_{rh_2}^2 H_2^2 \cos^2 \theta_{h_2k_2l_2}}, \quad (5.47)$$

для петель

$$\frac{\Delta\mu_{h_1k_1l_1}^{(ds)}}{\Delta\mu_{h_2k_2l_2}^{(ds)}} = \frac{f_{rh_1}^2 H_1^2 (W \cos^2 \theta_{h_1k_1l_1} + 8)}{f_{rh_2}^2 H_2^2 (W \cos^2 \theta_{h_2k_2l_2} + 8)}. \quad (5.48)$$

Температурный множитель  $e^{-M}$  в этих формулах включен в  $f_{rh}$ . Здесь необходимо отметить, что в обеих формулах сомножитель  $(\ln L - \ln R)$  заменен на  $\ln L$ , так как реально возможные размеры дефектов в данном случае намного меньше экстинкционной длины. Наиболее существенной особенностью выражений (5.47) и (5.48), с нашей точки зрения, является их независимость от параметров, характеризующих размеры и концентрацию дефектов. Для случая, рассматриваемого нами ниже, это означает, что значение отношения  $\Delta\mu_{h_1k_1l_1}^{(ds)} / \Delta\mu_{h_2k_2l_2}^{(ds)}$  не зависит от длительности термообработки. Это позволяет на основании одних только рентгеновских количественных данных судить о характере дефектов, возникающих при термообработках кристаллов, сопровождающихся распадом твердых растворов.

Рассчитанные методом наименьших квадратов из экспериментально полученных толщинных зависимостей интенсивностей АПРЛ величины ИКП и их приростов для  $\bar{2}20$ ,  $\bar{2}24$ ,  $\bar{4}40$  отражений (для характеристических линий  $\text{Cu}K_\alpha$  и  $\text{Cu}K_\beta$ , а также для непрерывного излучения с длинами волн вблизи  $\lambda_K$  Ga ( $\lambda_3$ ,  $\lambda_4$ ) и  $\lambda_K$  As ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ )) представлены соответственно в табл. 5.10 и 5.10а.



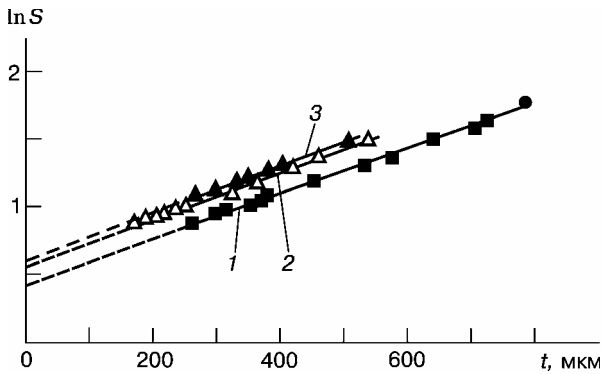


Рис. 5.22. Зависимость  $\ln S = At + B$ , измеренная для длин волн вблизи  $\lambda_{K_{As}} = 0,1045$  нм: 1 — исходное состояние кристалла ( $B=0,41$ ); 2 — после отжига в течение 10 ч при  $730^\circ\text{C}$  ( $B=0,54$ ); 3 — после отжига при указанной для 2 температуре в течение 20 ч ( $B=0,59$ )

Зависимость  $\ln S = At + B$  для длин волн вблизи  $\lambda_{K_{As}}$ . Легко видеть, что прямая, соответствующая скачку интенсивности у  $\lambda_{K_{As}}$  после отжига в течение 10 ч и 20 ч сохраняет свой исходный наклон, но сдвигается вверх по оси ординат по отношению к первоначальному состоянию (рост параметра  $B$ ). Этот факт, как во всех описанных выше предыдущих случаях (система Ge—As, радиационные дефекты в Ge, см. параграф 5.6), можно связать с появлением на искаженных областях вокруг локализованных дефектов диффузного рассеяния. Сохранение одинакового значения параметра  $A$  в нарушенном кристалле позволяет считать, что в данном случае возникают слабые искажения структуры, которые, наблюдались при изучении кристаллов Ge, сильно легированных As (см. параграф 5.5). Таким образом, можно считать, что в обсуждаемом случае прирост  $\Delta\mu_i$  всецело объясняется увеличением диффузной части ИКП  $\mu^{(ds)}$ . Фотоэлектрическая же часть ИКП в исследованных кристаллах GaAs—Te изменя-

С нашей точки зрения, наиболее важным результатом измерений является приблизительно равный прирост ИКП как для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , так и для длин волн  $\lambda_3$  и  $\lambda_4$  в кристаллах GaAs(Te) после их термообработки. Этот факт наглядно представлен на рис. 5.22, на котором показана линейная экспериментальная зави-

лась слабо, поскольку незначительные вариации параметра  $A$  функции  $\ln S$ , измеренной вблизи  $\lambda_{\text{K}}\text{Ga}$  (см. табл. 5.10), составляют:  $\Delta A = 1,6$  и  $\Delta A = 3,2$ . Слабые изменения фотоэлектрической части ИКП, установленные для длин волн вблизи  $\lambda_{\text{K}}\text{Ga}$  и  $\lambda_{\text{K}}\text{As}$ , дали возможность предположить, что и для характеристического излучения ( $\text{CuK}_{\alpha}$  и  $\text{CuK}_{\beta}$ ) прирост  $\mu_i$  в основном происходит за счет  $\mu^{(ds)}$ . Это обстоятельство позволяет рассчитать по формулам (5.47) и (5.48) отношения приростов ИКП, измеренных для различных отражений  $hkl$ , и тем самым однозначно ответить на вопрос о природе преобладающих дефектов. Наиболее надежные результаты могут быть получены с помощью рефлексов с сильно отличающимися значениями углов Брэгга, один из которых близок к  $90^\circ$ . Результаты таких расчетов представлены в табл. 5.11. В первой графе таблицы представлены отношения приростов ИКП, обусловленных ДР для двух обозначенных рефлексов, а также для двух различных длин волн при однотипном отражении. В последней графе представлены отношения  $\Delta\mu^{(ds)}$  для кристаллов, отожженных в течение 10 и 20 ч.

Из табл. 5.11 следует, что расчетные значения частного  $\frac{\Delta\mu_{440}}{\Delta\mu_{220}}$  для  $\text{CuK}_{\alpha}$ -излучения равны соответственно 1,29 и 0,63 для теоретических моделей петель и кластеров. Значения же этого отношения, полученные для  $\text{CuK}_{\alpha}$ -излучения на основании экспериментальных результатов, представленные в этой таблице, равны  $1,22 \pm 0,02$  и  $1,17 \pm 0,01$  соответственно для кристаллов, отжигавшихся в течение 10 и 20 ч при  $730^\circ\text{C}$ . Отношение приростов ИКП для указанных отражений после отжига равно  $1,05 \pm 0,02$ . Таким образом, все три полученные на основании экспериментальных данных цифры более близки к расчетной величине 1,29, чем к 0,63, что дает основание считать, что преобладающим типом дефектов, возникших в кристаллах  $\text{GaAs—Te}$  после отжига при  $730^\circ\text{C}$ , являются дислока-

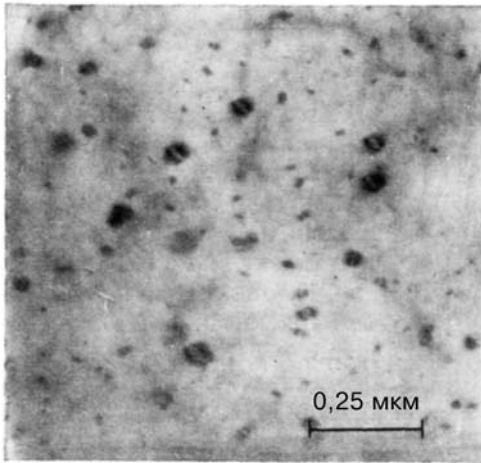


Рис. 5.23. Дислокационные петли в кристаллах GaAs после отжига в течение 20 ч при  $T=730^{\circ}\text{C}$

потому, что при таких отражениях облучается практически одна и та же область кристалла с сохранением направления вектора дифракции.

Вывод о преимущественном образовании дислокационных петель в кристаллах GaAs—Te после проведенных отжигов, полученный на основании изучения угловой зависимости  $\mu_{ds}$ , нашел свое подтверждение с помощью трансмиссионной электронной микроскопии. На рис. 5.23 приведен один такой снимок, полученный после термообработки кристалла при  $730^{\circ}\text{C}$  в течение 20 ч. Видны дислокационные петли, концентрация, которых достигает  $\approx 1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ . Из табл. 5.11 также следует, что экспериментальная зависимость  $\mu^{(ds)}$  от  $\lambda^2$ , предсказанная в теории Дедерихса, для различных рефлексов выполняется в среднем с точностью до 12%.

Другим примером, иллюстрирующим возможности применения теории Дедерихса при анализе аномальной дисперсии вблизи К-краев поглощения, являются кристаллы теллурида

ционные петли. Менее надежными являются сведения, полученные с помощью отношения  $\frac{\Delta\mu_{440}}{\Delta\mu_{422}}$ , поскольку вычисленные по формулам (5.47) и (5.48) значения для модели кластеров и петель отличаются друг от друга незначительно. Информация, полученная с помощью рефлексов 220 и 440, представляется нам наиболее достоверной еще и

кадмия [97]. Массивные монокристаллы CdTe обычно содержат большое количество различных структурных дефектов — дислокаций, малоугловых границ, двойников [98]. Плотность дислокаций в образцах, выращенных из паровой фазы и из расплава, как правило, достигает значений  $10^3 \div 10^5 \text{ см}^{-2}$ . Иногда, однако, удастся вырастить и более совершенные массивные монокристаллы, которые, по-видимому, содержат значительное количество микродефектов.

Отдельные дислокации и двойники, как известно, могут быть надежно идентифицированы с помощью рентгеновской дифракционной топографии [98], которая, однако, оказывается малоэффективной при изучении микродефектов вследствие малой протяженности деформационных полей, создаваемых ими в кристаллической матрице. Поэтому для определения типа микродефектов в бездислокационных монокристаллах целесообразно использовать явление аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ) с измерением интегральных интенсивностей  $I_r$  Лауэ-дифрагированных пучков.

Особенно перспективной неразрушающей методикой исследования структурного совершенства бинарного кристалла, как было показано выше, является анализ зависимостей скачков  $S=I_{R2}/I_{R1}$  интегральных интенсивностей от толщины, измеренных соответственно в длинноволновой ( $\lambda_2$ ) и коротковолновой ( $\lambda_1$ ) областях длин волн вблизи К-краев поглощения компонент кристалла. Эта методика, как было показано выше, позволяет корректно определить важнейшие параметры рассеяния, характеризующие одновременно структурное совершенство кристалла (статический фактор Дебая—Валлера  $\exp(-L)$ ) и часть интерференционного коэффициента поглощения (ИКП)  $\mu_i$ , ответственную за диффузное рассеяние излучения на дефектах  $\mu^{(ds)}$  (экстинкция). Определив с помощью таких измерений  $L$  и  $\mu^{(ds)}$  для различных отражений  $H(hkl)$ , можно, согласно теории Дедерихса [22], установить тип доминирующих дефектов.

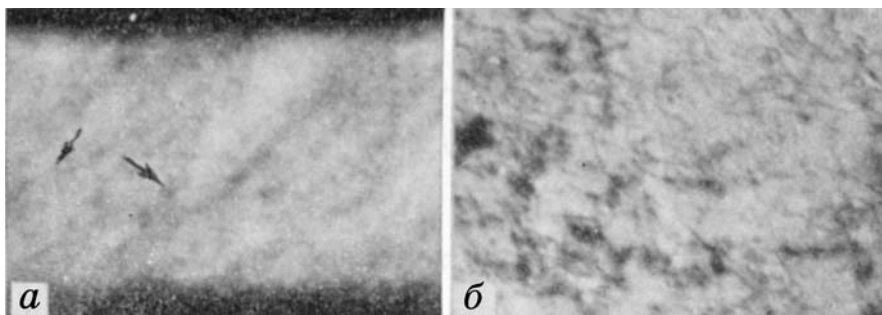


Рис. 5.24. Топограммы образца 1 (*а*, (110)) и образца 2 (*б*, (111)) (при дифракционной плоскости (110),  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -излучении (x 32))

В работе [97] изучались зависимости  $I_R$  от толщины кристалла при АПРЛ с длинами волн, близкими к К-краю поглощения  $\lambda_K$  Cd и Te, для различных отражений с целью выявления дефектов структуры в бездислокационных образцах CdTe и выяснения их природы. В частности, в рамках модели кластеров  $L_K \sim H^2$ ,  $\mu_{ds}^K \sim \cos^2\vartheta$ , в то время как в рамках модели дислокационных петель  $L_{\Pi} \sim H^{2/3}$ ,  $\mu_{\Pi}^{(ds)} \sim (a + b \cos^2\vartheta)$ , где  $a$  и  $b$  — константы (см. формулы (5.7) — (5.10)).

При анализе большого числа топограмм монокристаллов CdTe удалось выбрать несколько образцов без линейных дислокаций. Топограммы образцов 1 и 2 приведены на рис. 5.24, *а*. На снимке просматриваются слабоконтрастные изображения отдельных крупных дислокационных петель (обозначены стрелками), а также светлые и темные области, вероятно, скопления петель. Размеры наиболее крупных петель согласно топографическим оценкам достигают 50 мкм. По-видимому, в образце имеются также и петли меньших размеров, которые не разрешаются на топограммах. Для сравнения структурного совершенства кристаллов на рис. 5.24, *б* приведена топограмма образца 2 с плотностью линейных дислокаций  $10^3 \text{ см}^{-2}$ . Контрасты изображений дислокаций на топограммах образцов 1 и 2 имеют бормановский характер.

Структурное совершенство образца 1 исследовалось в дальнейшем с помощью дифрактометрических методов. Все измерения ИИ проводились на ОКС с использованием  $\text{MoK}_\alpha$ ,  $\text{MoK}_\beta$ -излучений, а также  $\lambda_1 = 0,038$  нм и  $\lambda_2 = 0,04$  нм вблизи  $\lambda_K$  Те и  $\lambda_1 = 0,045$  нм и  $\lambda_2 = 0,047$  нм вблизи  $\lambda_K$  Cd. Ориентация (110) поверхности образца позволяла осуществлять симметричную Лауэ-дифракцию от плоскостей  $(1\bar{1}0)$ ,  $(1\bar{1}2)$ ,  $(1\bar{1}3)$ ,  $(3\bar{3}1)$ . Толщина образцов варьировалась в интервале 250—900 мкм. Расходимость первичного пучка, которая не превышала 20 угловых минут, позволяла, обеспечивая оптимальные значения ИИ, существенно уменьшить уровень фона при малых углах  $\theta$  и проводить измерения вблизи  $\lambda_K$ . Нормальные коэффициенты поглощения  $\mu$  вблизи  $\lambda_K$  были измерены в отдельном абсорбционном эксперименте:  $\mu_1=156$  см<sup>-1</sup>,  $\mu_2=60$  см<sup>-1</sup> в случае Cd и  $\mu_1=181$  см<sup>-1</sup>,  $\mu_2=121$  см<sup>-1</sup> в случае Те.

Поскольку в нашем распоряжении не было кристалла с идеальной структурой, а соответствующие параметры рассеяния, необходимые для расчета  $S$  в случае совершенных кристаллов, не известны, то упомянутый выше метод [96] для установления типа дефектов нельзя было использовать. Поэтому нами была применена несколько иная схема определения  $L$  и  $\mu^{(ds)}$  по экспериментальным данным. Из формулы (5.6) находили выражения для ИКП  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ , и, проведя несложные преобразования в предположении  $\varepsilon_0 \approx 1$ , получали

$$M + L \approx (\mu_{i1} - \mu_{i2}) / (\mu_1 - \mu_2) \gamma^{-1}, \quad (5.49)$$

где фактор  $M$  рассчитывался по среднеквадратичным отклонениям  $|u_s^2|$  для атомов Cd и Те [99]. Затем из (5.6) аналогичным путем получалось выражение для  $\mu^{(ds)}$  вблизи  $\lambda_K$

$$\mu^{(ds)} = (\mu_{i2}\mu_1 - \mu_{i1}\mu_2) / (\mu_1 - \mu_2), \quad (5.50)$$

а для других  $\lambda$  (характеристических линий)

$$\mu^{(ds)} = \mu_i - \mu(M + L) / \gamma. \quad (5.51)$$

Параметры  $L$  и  $\mu^{(ds)}$ , рассчитанные по (5.51) и (5.52) с использованием соответствующих экспериментальных значений  $\mu_i$ , полученных по зависимостям ИИ от толщины, приведены в табл. 5.12. Обработать данные о  $\mu^{(ds)}$  аналогично тому, как это сделано в работе [46], к сожалению, не удалось, поскольку угловые зависимости  $\mu^{(ds)}(\vartheta)$  в случае CdTe оказались близкими в рамках моделей петель и кластеров вследствие малости углов  $\vartheta$ . Поэтому для определения природы дефектов в бездислокационном кристалле CdTe была проанализирована зависимость фактора Дебая — Валлера от вектора дифракции  $H=2\pi/d$ , где  $d$  — межплоскостное расстояние.

**Таблица 5.12**

*Дифракционные параметры кристалла CdTe для различных длин волн и отражений [97]*

Реф- лекс $hkl$	ИКП, $\text{см}^{-1}$						L
	$\lambda_{\text{Ge}}$ 0,038нм	$\lambda_{\text{Te}}$ 0,04нм	$\lambda_{\text{1Cd}}$ 0,045нм	$\lambda_{\text{2Cd}}$ 0,047нм	MoK $\beta$	MoK $\alpha$	
$\bar{2}\bar{2}0$	19,64 (3,6)	14,3 (3,6)	23,9 (5,3)	12,4 (5,3)	21,3 (7,8)	28,67 (8,98)	0,0263
$1\bar{1}3$	21,5	14,38	26,6 (1,9)	11,4 (1,9)	21,1 (3,2)	26,32 (0,16)	0,0317
$3\bar{3}1$	32,0	20,0	50,36 (7,9)	24,21 (7,9)	43,1 (12,3)	56,0 (21,0)	0,0516
$\bar{2}\bar{2}4$	47,21 (4,97)	33,21 (4,97)	60,8 (7,5)	28,1 (7,5)	50,75 (13,4)	67,7 (13,2)	0,0541

*Примечание: В скобках приведены  $\mu_{ds}$ , рассчитанные по формулам (5.50) и (5.51).*

По значениям  $L$  для четырех рефлексов (табл. 5.12) был построен график зависимости  $\ln(\mu L)=f(\ln H)$ . Поскольку указанная зависимость оказалась линейной, а наклон ее к оси абсцисс близок к  $3/2$ , на основании теории Дедерихса был сделан вывод о

том, что доминирующим типом дефектов в данном кристалле были дислокационные петли. Этот результат, с нашей точки зрения, подтверждает применимость теории Дедерихса в случае двухкомпонентных монокристаллов, к которым относится CdTe. Значения  $\mu^{(ds)}$ , приведенные в табл. 5.11, также позволяют проанализировать зависимость ее от  $\lambda$ . В соответствии с предсказаниями указанной теории эта зависимость оказалась близкой к квадратичной.

Результаты выполненной работы демонстрируют возможность получения достоверной информации о дефектной структуре сильнопоглощающих кристаллов с помощью измерения ИИ вблизи  $\lambda_K$  в том случае, когда протяженность деформационных полей дефектов меньше разрешающей способности прямых топографических методов. Применение указанной методики позволило получить данные о доминирующем типе дефектов в бездислокационном кристалле CdTe без привлечения каких-либо теоретически рассчитанных констант, характеризующих данные кристаллы.

## 5.11 Обсуждение результатов и выводы

В настоящей главе изложен предложенный метод анализа толщинных отношений (скачков) интегральных интенсивностей динамических дифракционных максимумов, измеренных в области аномальной дисперсии РЛ вблизи К-края поглощения вещества при Лауэ-дифракции в толстых реальных кристаллах, содержащих дефекты различной природы. Были получены аналитические зависимости для логарифма отношения скачков от толщины кристалла и установлен физический смысл ее параметров, которыми являются разность интерференционных коэффициентов поглощения,  $A = \mu_{i1} - \mu_{i2}$  и параметр  $B$ , изменение которого (увеличение) связано с конкретной дефектной структурой.



Было показано, что наблюдаются 3 основных случая эволюции значений параметров  $A$  и  $B$  в зависимости от природы дефектов. Первый случай: рост только параметра  $A$  с увеличением температуры кристалла (влияние тепловых колебаний решетки). Второй случай: неизменность параметра  $A$  (при одинаковом увеличении обоих интерференционных коэффициентов поглощения  $\mu_{i1}$  и  $\mu_{i2}$ ) с увеличением второй характеристики  $B$ . Такой случай был установлен в кристаллах Ge на ранних стадиях распада твердого раствора As, при разных повреждениях периодичности после облучения быстрыми нейтронами, а также в бездислокационных кристаллах GaAs, сильно легированных теллуром. Третий случай: увеличение параметров  $A$  и  $B$  наблюдалось в кристаллах с дислокациями, а также на поздних стадиях распада твердых растворов, когда эффект Бормана стремится к нулю.

Почти все эти дифракционные эффекты могут быть объяснены динамической теорией рассеяния РЛ кристаллами с однородно распределенными дефектами [29, 30, 45, 71, 100]. Хотя основные экспериментальные данные упомянутых выше экспериментальных исследований, в которых для интерпретации используются понятия статического фактора Дебая — Валлера  $L$  и коэффициента дополнительных потерь энергии за счет ухода излучения из когерентного дифракционного максимума,  $\mu_{ds}$  (экстинкция), полезно применять и результаты статистической теории Като, оперирующей вместо  $\mu_{ds}$  параметром ближнего порядка  $\tau$  [100]. В работе [101], а также в [102], была установлена связь между ними:

$$\mu_{ds} = 2\gamma(1 - \exp(-2L))\tau / \Lambda^2, \quad (5.54)$$

где  $\gamma$  и  $\Lambda$  — соответственно косинус угла Брэгга и экстинкционная длина. Поэтому экспериментальные данные, касающиеся величины  $\mu_{ds}$ , могут быть легко пересчитаны на язык статистической теории Като.

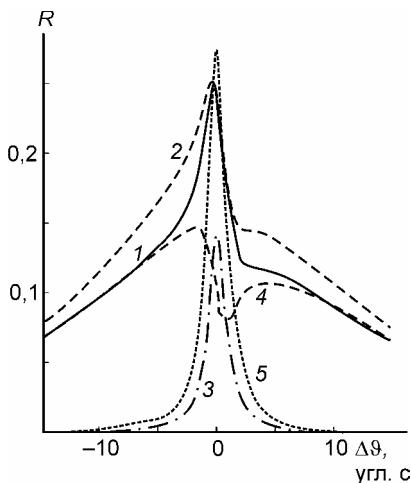


Рис. 5.25. Влияние ДР и вторичной экстинкции (ВЭ) на кривые отражения, ( $\exp(-L)=0,95$ ,  $\mu t=1$ , радиус дефектов  $r=0,05\Lambda$ ): 1 — полная интенсивность с учетом ВЭ, 2 — без учета ВЭ, 3 — когерентная компонента, 4 — диффузная компонента с учетом ВЭ, 5 — идеальный кристалл

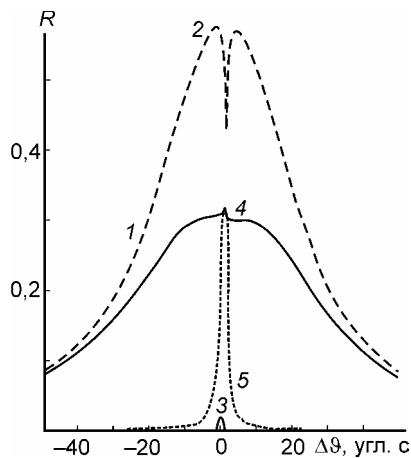


Рис. 5.26. Влияние многократного ДР на кривые отражения кристалла ( $\exp(-L)=0,2$ ,  $\mu t=1$ , радиус дефектов  $r=0,05\Lambda$ ): кривые 1—5 то же самое, что и на рис. 5.25

Остановимся на случаях роста параметра  $B$  в кристаллах с дефектами. Этот эффект с точки зрения работы [100] может быть объяснен с помощью специфики распределения диффузного рассеяния вблизи Брэгговского максимума, ширина которого пропорциональна отношению порядка  $\lambda/r$  ( $r$  — радиус дефекта) в отличие от когерентного максимума  $\varpi_c$  порядка  $\lambda/\Lambda$ . При  $r \ll \Lambda$  диффузное рассеяние уходит далеко от узла обратной решетки. Эволюция формы дифракционного максимума в зависимости от уровня искажений решетки, описываемой фактором  $f = \exp(-L) = 0,95$  при  $\mu t = 1$ , показана на рис. 5.25 и фактором  $f = 0,2$  при  $\mu t = 1$  — на рис. 5.26 (см. [101]). Видно, что по сравнению со случаем идеального кристалла (кривая 5) полная интенсивность в образце с искаженной структурой (кри-

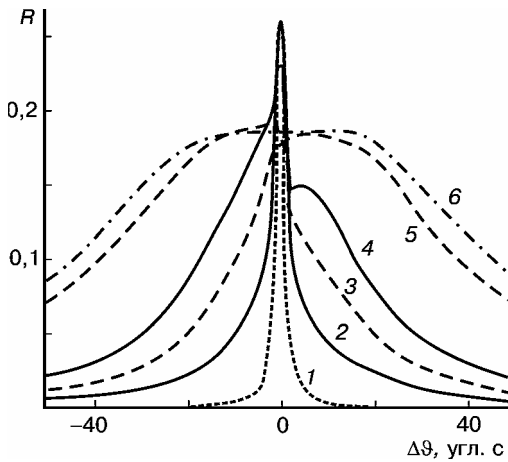


Рис. 5.27. Зависимости отражательной способности кристалла от статического фактора при уровне поглощения  $\mu t = 1$ , и радиусе дефектов  $r = 0,05\Lambda$ : кривая 1 при  $f = 1$ , кривая 2 — 0,98; 3 — 0,95; 4 — 0,9; 5 — 0,5; кривая; 6 — при  $f = 0$

порядка 1), все же форма кривых отражения позволяет представить характер распределения ДР в обратном пространстве в случае эффекта Бормана, который изучался в этой главе в кристаллах с различными дефектами. Ясно, что большая часть диффузного рассеяния волн при этом претерпевает резкое фотоэлектрическое ослабление, но учет динамических эффектов в ДР [103, 104] дает возможность считать, что его вклад в полную интенсивность существенен. Поэтому если дифракционная кривая уширяется вследствие развития дефектной структуры (например, при распаде твердых растворов, радиационных повреждениях), а также при появлении плавного распределения диффузного рассеяния, то при регистрации скачка поглощения наблюдается рост параметра  $B$ .

вая 1), с учетом влияния вторичной экстинкции резко возрастает и в пределе очень нарушенного образца,  $L \rightarrow \infty$ , равна значению диффузной составляющей. Изменения полного дифракционного максимума при варьировании статического фактора  $f = \exp(-L)$  показаны на рис. 5.26. Легко видеть сильное расширение полного дифракционного максимума. Хотя приведенные данные В.А. Бушуева относятся к случаю слабопоглощающего кристалла ( $\mu t$

Результаты исследования ДРРЛ в реальных кристаллах в области аномальной дисперсии, изложенные в этой главе, показали, что в ряде случаев удается не только сделать заключение о типе доминирующих дефектов в кристалле, но и определить важнейшие характеристики дефектной структуры (концентрацию и размер кулоновских центров или плотность однородно распределенных дислокаций).

**Таблица 5.4**

Основные параметры динамического рассеяния рентгеновских лучей  $\mu_i$  (см<sup>-1</sup>),  $\mu_{ds}$  и  $L$ , измеренные при различных длинах волн (CuK<sub>α</sub>, CuK<sub>β</sub>,  $\lambda_1=0,109$  нм,  $\lambda_2=0,114$  нм) для совершенных кристаллов Ge (I) и образцов с нарушенной структурой (II), сильно легированных Li [62].

hkl	$\lambda_1$			$\lambda_2$			CuK <sub>β</sub>			CuK <sub>α</sub>		L	
	I	II		I	II		II		I	II			
	ИКП, см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	$\mu_{ds}$ , см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	$\mu_{ds}$ , см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	$\mu_{ds}$ , см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>	ИКП, см <sup>-1</sup>		$\mu_{ds}$ , см <sup>-1</sup>
1 $\bar{1}$ 1	321	354	14	51	68	14	91	126	31	120	169	43	—
2 $\bar{2}$ 0	38	90	48	12	61	48	13	73	59	16	<b>81</b>	<b>63</b>	0,003
004	79	170	41	18	65	40	26	101	52	36	109	53	0,046
2 $\bar{2}$ 4	—	—	—	—	—	—	42	134	<b>86</b>	59	154	<b>89</b>	<b>0,020</b>
4 $\bar{4}$ 0	—	—	—	—	—	—	57	179	<b>95</b>	87	225	<b>98</b>	<b>0,099</b>
4 $\bar{4}$ 4	—	—	—	—	—	—	125	273	<b>73</b>	253	473	<b>76</b>	<b>0,222</b>

Примечание: Выделенные полужирные  $\mu_{ds}$  и  $L$  рассчитаны по формуле (5.27). Среднее значение  $\Delta\mu_i/\mu_i \approx 0,02$ .

**Таблица 5.10**

*Зависимости дифракционных параметров ИКП  $\mu_i$  ( $\text{см}^{-1}$ ) в кристаллах GaAs—Te от термообработок различной длительности при 730 °С [96]*

Состояние образца	$\lambda_K$ Ga , 220			$\lambda_K$ As, 220			CuK $_{\alpha}$ , 220		CuK $_{\alpha}$ , 224		CuK $_{\alpha}$ , 400	
	$\mu_{i3}(\lambda_3)$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i4}(\lambda_4)$ , $\text{см}^{-1}$	A, $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i1}\lambda_1$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i2}(\lambda_2)$ , $\text{см}^{-1}$	A, $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , $\text{см}^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , $\text{см}^{-1}$
исходное	51,0	24,5	26,5	58,8	42,4	16,5	45,9	35,1	141,1	115,0	183,6	136
отжиг 10ч	67,2	39,1	28,1	74,1	57,2	16,9	65,7	53,1	166,4	135,4	207,7	159
отжиг 20ч	74,7	45,0	29,7	79,7	63,6	16,4	73,8	64,5	170,8	137,5	216,2	176

**Таблица 5.10а**

*Прирост дифракционных параметров для указанных в табл. 5.10 длин волн и отражений в кристаллах GaAs—Te после термообработок различной длительности при 730 °С [96]*

Состояние образца	$\lambda_K$ Ga, 220			$\lambda_K$ As, 220			CuK $_{\alpha}$ , 220		CuK $_{\alpha}$ , 224		CuK $_{\alpha}$ , 400	
	$\mu_{i3}(\lambda_3)$ , см $^{-1}$	$\mu_{i4}(\lambda_4)$ , см $^{-1}$	A, см $^{-1}$	$\mu_{i1}\lambda_1$ , см $^{-1}$	$\mu_{i2}(\lambda_2)$ , см $^{-1}$	A, см $^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , см $^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , см $^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , см $^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , см $^{-1}$	$\mu_{i\alpha}$ , см $^{-1}$	$\mu_{i\beta}$ , см $^{-1}$
$\Delta\mu_i$ (отжиг в течение 10 ч)	16,2	14,6	1,6	15,2	14,8	0	19,8	18,0	25,3	20,4	24,1	22
$\Delta\mu_i$ (отжиг в течение 20 ч)	23,7	20,5	3,2	20,8	20,9	0	27,9	29,4	29,7	22,1	32,6	39

**Таблица 5.11**

Теоретические и экспериментальные значения приростов  $\Delta\mu^{(ds)}$  для различных  $hkl$  и длин волн для кристаллов GaAs—Te [96]

Отношение приростов $\Delta\mu^{(ds)}$ при одной длительности отжига для разных отражений и длин волн	Теоретические данные				Экспериментальные данные				Отношение приростов $\Delta\mu^{(ds)}$ после отжигов в течение 20 и 10 ч	
	Петли		Кластеры		для $\text{CuK}_\alpha$ при отжиге		для $\text{CuK}_\beta$ при отжиге		$\Delta\mu_i^{20}/\Delta\mu_i^{10}$	
	$\text{CuK}_\alpha$	$\text{CuK}_\beta$	$\text{CuK}_\alpha$	$\text{CuK}_\beta$	10 ч	20 ч	10 ч	20 ч	$\text{CuK}_\alpha$	$\text{CuK}_\beta$
$\frac{\Delta\mu_{440}}{\Delta\mu_{220}}$	1,29	1,60	0,63	0,90	1,22	1,17	1,25	1,33	1,05	1,05
$\frac{\Delta\mu_{440}}{\Delta\mu_{422}}$	0,79	0,91	0,61	0,76	0,94	1,09	0,89	1,33	—	—
$\left(\frac{\Delta\mu_{\lambda_2}}{\Delta\mu_\alpha}\right)_{220}$	0,67	0,73	0,58	—	0,74	0,73	0,81	0,70	0,73	—



## Глава 6

### **Динамические эффекты при рассеянии рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии для квазизапрещенных рефлексов**

Известно, что дифракция в совершенной слабо поглощающей среде большой протяженности (толщина образца значительно превышает длину экстинкции) хорошо описывается динамической теорией рассеяния идеальным кристаллом [1—5]. Работы [6—8] были посвящены решению проблем сильно поглощающего кристалла. В частности, в [7] теоретически было рассчитано поведение дифференциального коэффициента отражения для совершенного кристалла в случае дифракции Брэгга при различных соотношениях между действительной и мнимой частями структурного фактора. В условиях динамической дифракции РЛ даже слабые (порядка значения диэлектрической восприимчивости кристалла  $10^{-7}$ — $10^{-6}$ ) деформации кристаллической решетки приводят к существенным изменениям дифракционных параметров вследствие нарушения когерентности волновых полей (блоховских волн). Это обстоятельство служит физической основой диагностики реальной структуры слабо искаженных кристаллов.

В последние годы достигнуты значительные успехи в разработке динамической теории дифракции РЛ на неидеальных кристаллах, содержащих распределенные в объеме кристалла различного рода дефекты [8, 9]. Вследствие многогранности механизмов взаимодействия излучений с искаженным кристаллом нет единого подхода к анализу дифракции РЛ в реальном кристалле (В.Б. Молодкин, Н. Като, В.А. Бушуев).

Среди многих экспериментальных методов исследования структурного совершенства кристаллов наиболее точным принято считать метод измерения маятниковых осцилляций интенсивности (Pendellösung) в кристаллах [10]. Этот эффект, который заключает-

ся в осциллирующей зависимости отражательной способности в геометрии Лауэ от толщины кристалла, отсутствует в сильно искаженных кристаллах, характеризующихся высоким уровнем статического фактора Дебая — Валлера ( $L$  порядка 1). Однако в слабо искаженных средах ( $L \ll 1$ ) это явление сохраняется, причем, период осцилляций равен экстинкционной длине  $\Lambda$ , перенормированной на статический фактор  $L$ . Эффект маятниковых колебаний, как известно, связан с пространственной структурой волновых полей, возникающих в периодической среде при выполнении условий Брэгга. Его проявление в значительной степени зависит от характера взаимодействия излучения с веществом (РЛ, электроны, нейтроны), что стало основой высокоточных методов измерения амплитуд рассеяния в реальных кристаллах. Конкурирующим по чувствительности к слабым искажениям структуры является метод рентгеноакустического резонанса И.Р. Энтина. С его помощью удалось дискриминировать присутствие в кристаллах кремния распределенных макроскопических упругих и локализованных деформаций.

Формулы, приведенные в [7, 11], могут применяться для центросимметричных кристаллов при произвольном соотношении реальной и мнимой частей коэффициентов поляризуемости кристалла. На основании этих результатов, были проведены расчеты для Брэгг- и Лауэ-дифракции, и показано, что предложенные формулы не только дают результаты расчетов, хорошо согласующихся с экспериментальными данными, но и открывают возможность анализировать ранее не исследованные случаи. Самым важным достижением этих работ есть расширение области применения динамической теории для сильно поглощающих нецентросимметричных объектов. В частности, была найдена область длин волн, где отражательная способность чувствительна к поляризации кристалла. Развитый метод отношений интенсивностей  $hkl$  и  $\overline{hkl}$  рефлексов применен для экспериментального изучения атомных формфакторов в области аномальной дисперсии РЛ [11]. Оказалось также, что в случае равенства нулю действительной части коэффициента Фурье поляризуемости дифракционный

максимум имеет очень узкую полуширину и большую интенсивность, что может быть существенным обстоятельством при изготовлении эффективных монохроматоров синхротронного излучения. Этот интересный случай реализован экспериментально при исследованиях вблизи К-края поглощения германия [12].

Было также установлено [13], что область длин волн, для которой действительная часть коэффициента Фурье-поляризуемости равна нулю, является весьма чувствительной к химическому составу бинарного кристалла.

### **6.1. Физические основы изучения нестехиометрии кристаллов и эпитаксиальных слоев при дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных рефлексов**

Интенсивность дифракции РЛ определяется, как известно, структурным фактором, который зависит от расположения атомов в решетке следующим образом [14]:

$$F_h = \sum_j (f_0 + f' + if'')_j \exp(-M_j) \exp(2\pi i \vec{h} \vec{r}_j), \quad (6.1)$$

где  $(f_0 + f' + if'')_j$  — комплексный атомный формфактор j-го атома с дисперсионными поправками;  $\exp(-M_j)$  — температурный фактор Дебая — Валлера;  $\vec{h}$  — вектор обратной решетки;  $\vec{r}_j$  — радиус-вектор атома.

Для слабых рефлексов с суммой индексов Миллера  $h+k+l=4n+2$  ( $n=0,1,\dots$ ) атомы разных сортов, расположенные в разных плоскостях решетки, рассеивают рентгеновские лучи в противоположных фазах. Таким образом, для квазизапрещенных рефлексов (КЗР) в идеальной решетке (6.1) можно записать в виде

$$F_h = 4(f_A - f_B). \quad (6.2)$$

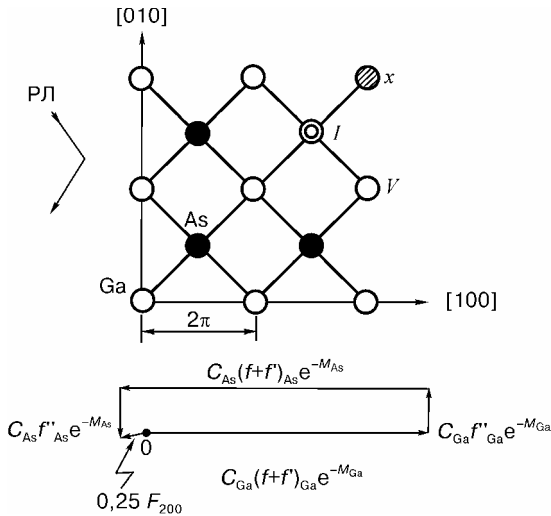


Рис. 6.1. Принципиальная схема рентгенодифрактометрических измерений для КЗР в кристаллах  $GaA$  (внизу показано также образование структурного фактора отражения 200)

В реальном кристалле могут существовать точечные дефекты решетки различной природы, например, такие как вакансии ( $V$ ), междоузельные атомы ( $I$ ), примесные атомы ( $X$ ) в узлах, либо в междоузлиях (рис. 6.1). В этом случае нарушается равенство концентраций компонент  $C_j$  ( $C_A = C_B = 1$  в идеальном кристалле) и выражение (6.2) для структурного фактора модифицируется так

$$F_h = 4(C_A f_A - C_B f_B). \quad (6.3)$$

С учетом имеющихся в решетке перечисленных выше дефектов эффективную концентрацию компонент  $C_{A(B)}$  можно представить в виде

$$C_{A(B)} = \frac{[A(B)_{A(B)}] + [A(B)_I] + (f_x / f_{A(B)}) ([X_{A(B)}] + [X_I])}{N_{A(B)}} = \quad (6.4)$$

$$= 1 + \frac{[A(B)_I] - [V_{A(B)}] + (f_x - f_{A(B)})(1 / f_{A(B)}) [X_{A(B)}] + (f_x / f_{A(B)}) [X_I]}{N_{A(B)}}$$

где  $A(B)_{A(B)}$  — атомы в своих регулярных положениях в решетке;  $V_{A(B)}$  — вакансии;  $A(B)_I$  — атомы в междоузлиях (тетраэдрических порах);  $X_{A(B)}$  — атомы примеси в плоскостях атомов  $A(B)$ ;  $X_I$  — атомы примеси в междоузлиях;  $N_{A(B)}$  — число атомов в единице объема;  $f_{A(B)}$  и  $f_x$  — формфакторы атомов  $A(B)$  и примеси  $X$ .

Анализируя (6.3), можно увидеть, что структурный фактор  $F_h$  будет изменяться: увеличиваться при условии  $C_A > C_B$  (когда  $f_A > f_B$ ) и уменьшаться, когда  $C_A < C_B$ . Поскольку интенсивность дифрагированных рентгеновских лучей пропорциональна структурному фактору, то в первом приближении измерение ее вариаций  $\Delta I$  для КЗР позволяет контролировать параметр нестехиометрии, или концентрацию примеси, локализованной в решетке:

$$\Delta I / I = k \cdot (C_A - C_B), \quad (6.5)$$

где  $k$  — коэффициент пропорциональности, который зависит от дифракционных параметров и длины волны РЛ. Для анализа нестехиометрии необходимо также знать, как зависит структурный фактор от структурного совершенства кристалла (от дисторсий кристаллической решетки). Для совершенного кристалла в случае динамической дифракции Брэгга выражение для интегральной интенсивности можно записать как [15]

$$I_B = \frac{P\lambda^2 (e^2 / mc^2) \left| F_h' \right| \frac{8}{3}}{\pi \cdot (|b|)^{1/2} V \sin(2\vartheta)}, \quad (6.6)$$

а для идеально-мозаичного кристалла —

$$I_M = \frac{P^2 (e^2 / mc^2)^2 \left| F_h' \right|^2 \lambda^3 (1 + \kappa^2 + 2s)}{\mu \cdot V^2 \sin(2\vartheta)(1 - b)}, \quad (6.7)$$

где  $V$  — объем элементарной ячейки;  $P$  — фактор поляризации РЛ;  $b$  — фактор асимметрии;  $\kappa = \left| \frac{F_h''}{F_h'} \right|$ ;  $\theta$  — брэгговский угол;  $\mu$  — коэффициент нормального фотоэлектрического поглощения РЛ;  $s = -\kappa \cdot \sin \delta$ ;  $\delta$  — разность фаз. Вследствие малого значения структурного фактора для КЗР (при условии  $f_A \approx f_B$ ) для целого ряда характеристических длин волн ( $\text{Cu}K_\alpha$ ,  $\text{Mo}K_\alpha$ ,  $\text{Ag}K_\alpha$ ), а также благодаря влиянию других дифракционных параметров, различие между значениями интегральной интенсивности, рассчитанной в кинематическом и динамическом приближениях оказывается малым. Отношение  $I_M / I_B$  для указанных выше длин волн (для кристаллов GaAs) для рефлекса 200 составляет, соответственно, 1,1; 1,01; 1,03. В то же время такие же отношения для структурного рефлекса 400, соответственно, равны 7,0; 3,9; 5,5. Из этого факта вытекает то обстоятельство, что дефекты структуры не должны заметно влиять на интенсивность дифракционных максимумов рефлекса 200, что создает благоприятные условия для изучения отклонения от стехиометрии в бинарных кристаллах. Для КЗР 200, например, вариации интенсивности порядка 0,1% позволяют анализировать отклонение от стехиометрии на уровне  $C_{\text{As}} - C_{\text{Ga}} \sim 3 \cdot 10^{-5}$  и  $3,7 \cdot 10^{-5}$  для  $\text{Mo}K_\alpha$ - и  $\text{Cu}K_\alpha$ -излучений, соответственно. Как показано в параграфе 6.3 этой главы, такое утверждение является, однако, только первым приближением. Для реального кристалла нужно использовать динамическую теорию В.Б. Молодкина и определять также параметр  $L$ .

Как следует из формулы (6.4), анализ интенсивностей КЗР позволяет также изучать влияние примесных атомов, а также состав тройных соединений, например  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  [16]. Структурный фактор в этом случае имеет вид

$$F(x) = 4 \left\{ (1-x) f_{\text{Ga}} \exp(-M_{\text{Ga}}) + x f_{\text{Al}} \exp(-M_{\text{Al}}) - f_{\text{As}} \exp(-M_{\text{As}}) \right\} \quad (6.8)$$

Использование условия независимости интенсивности РЛ для КЗР от дисторсий решетки позволяет определить значения  $x$  в эпитаксиальных структурах. В случае толстых слоев отношение интенсивности пучка РЛ, дифрагированного от структуры,  $I(x)$  к интенсивности лучей подложки  $I(0)$  согласно [17] можно записать так

$$I(x)/I(0) = \left| F^2(x) \right| / \left| F^2(0) \right| \frac{\sin(2\vartheta_s)(1 + \cos^2 2\vartheta_L)\mu_s}{\sin(2\vartheta_L)(1 + \cos^2 2\vartheta_s)\mu_L(x)}, \quad (6.9)$$

где  $\mu_L(x)$  — линейный коэффициент поглощения эпитаксиального слоя;  $\mu_s$  — линейный коэффициент поглощения подложки;  $\vartheta_L, \vartheta_s$  — углы Брэгга, соответственно, для пленки и подложки.

В случае же тонких эпитаксиальных слоев интегральная интенсивность пропорциональна рассеивающему объему, т.е. толщине слоя. Интенсивность дифрагированного пучка РЛ от подложки ( $S$ ) также зависит от толщины пленок ( $L$ ). Для КЗР, где эффект экстинкции излучения незначительный, отношение  $I_s / I_L$  можно записать согласно [16]:

$$I_s / I_L = \frac{I(0) \exp(-2\mu_L(x) t / \sin \vartheta_s)}{I(x) [1 - \exp(-2\mu_L(x) t / \sin \vartheta_L)]}. \quad (6.10)$$

Оценка состава эпитаксиальных слоев данным методом хорошо согласуется с результатами микронзондового анализа для небольших значений  $x$ . Основная ошибка в определении этого параметра вносится тем важным обстоятельством, что интенсивность дифрагированного пучка зависит от реальной структуры кристалла (для КЗР 200 — сильнее, для КЗР 600 — слабее). Совсем иная ситуация отмечается при использовании длин волн вблизи К-краев поглощения компонентов кристалла. Как отмечалось в ряде работ, этот интервал длин волн является очень перспективным для контроля параметра нестехиометрии.

Таким образом, использование КЗР в кинематическом приближении теории рассеяния РЛ позволяет проводить в первом приближении анализ параметра нестехиометрии в реальных кристаллах. Однако, как отмечается в цитированных работах, это является возможным либо в сильно искаженных кристаллах, либо в идеальных кристаллах при условии учета для дифрагированных пучков эффектов экстинкции. Как следует из результатов [16], анализируя поведение интенсивности характеристических линий для КЗР 600 можно получить, достоверную информацию о составе слоев различного совершенства (в случае же рефлекса 200 — только для мозаичных кристаллов).

## **6.2. Особенности Лауэ-дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных рефлексов в области аномальной дисперсии в кристаллах GaAs в случае слабых и высоких уровней поглощения**

Попытки исследования возможности существования динамических эффектов при дифракции РЛ для КЗР в случае Лауэ-дифракции были сделаны в работах [18,19]. Однако исследуемый толщинный интервал не дал возможности сделать какие-либо надежные выводы о характере поведения ИИ, как в области слабых уровней поглощения ( $\mu t < 6$ ), так и в случае приближения толстого кристалла ( $\mu t > 10$ ), а также о влиянии дефектов различной природы на толщинную зависимость ИОС.

Рассмотрим, следуя [20—23], сначала поведение толщинной зависимости ИОС для бинарного кристалла в области слабых уровней поглощения  $\mu t < 1$  ( $\mu$  — нормальный коэффициент поглощения РЛ,  $t$  — толщина кристалла). Выражение для ИОС в данном случае [1] можно записать в виде

$$R_i = (P\pi |\chi_h| / 2 \sin(2\vartheta))(1 + \kappa^2)^{1/2} \times \exp(-\mu t / \gamma) \left[ \int_0^{2A} J_0(x) dx + I_0(x) - 1 \right], \quad (6.11)$$



где  $\chi_h = \chi_h^\alpha - \chi_h^\beta$  — коэффициенты Фурье восприимчивости бинарного кристалла ( $\alpha, \beta$  — атомы подрешеток);  $J_0(h), I_0(h)$  — функция Бесселя нулевого порядка, соответственно, действительного и мнимого аргументов,  $h = \mu t P \epsilon / \gamma$ ;  $\gamma = \cos \theta$ ;  $A = \pi t / \Lambda$ ;  $\Lambda = \lambda \gamma / P \chi_h$  — экстинкционная длина;  $\theta_B$  — угол Брэгга;  $\epsilon = |\chi_{ih}| / |\chi_{i0}|$ ;  $K = |\chi_{ih}| / |\chi_{rh}|$ ;  $P$ -фактор поляризации. Поскольку значение  $\Lambda$  для КЗР типа  $h+k+l=4n+2$  ( $hkl$  — индексы Миллера,  $n=0,1,2,\dots$ ) значительно больше соответствующих значений для структурных рефлексов (табл. 6.1), то для

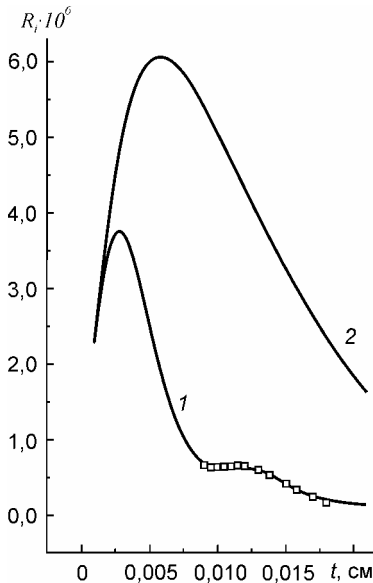


Рис. 6.2. Толщинные зависимости  $R_i$  рефлекса 200 ( $\lambda = 0,1204 \text{ нм}$ ) в GaAs: 1 — расчет по формуле (6.11); 2 — расчет для идеально-мозаичного кристалла; точки — экспериментальные данные

всех важных для исследования областей длин волн, включая и длины волн вблизи К-краев поглощения, толщинная область кинематического приближения ( $t \leq \Lambda$ ) может достигать даже промежуточных уровней поглощения ( $1 < \mu t < 6$ ). На рис. 6.2 приведены расчетные толщинные зависимости ИОС для КЗР 200 в GaAs для длины волны непрерывного спектра вблизи К-края атомов Ga. На рис. 6.3 приведено характерное распределение интенсивности в “палатке Бормана”, рассчитанное по формулам Такаги-Топена для образца толщиной  $t = 200 \text{ мкм}$ , которое демонстрирует существование заметных маятниковых колебаний для указанного отражения, по крайней мере, на глубине, где фотоэлектрическое поглощение не подавляет это явление как в идеальном (а), так и дефектном (б) кристаллах.

Расчет отношения  $R_{\text{К}} / R_{\text{ИД}} = c$ , которое характеризует, в какой-то мере,

чувствительность к дефектам структуры, показывает, что вплоть до  $\mu t \leq 4$  интегральная отражающая способность для КЗР 200 является все же чувствительной ( $c \neq 1$ ) к дефектам структуры I и II рода по классификации А.М. Кривоглаза [24], хотя и в значительно меньшей степени, чем для структурного рефлекса 400. Поэтому вопрос изучения влияния структурных дефектов на ИОС КЗР является актуальным, хотя в литературе и постулировалась нечувствительность этих дифракционных максимумов к искажениям структуры [25, 26]. Анализ графических и топографических данных, приведенных на рис. 6.2 и 6.3, показывает, что в бинарном кристалле с близкими атомными номерами компонент существует динамический характер рассеяния для КЗР, по крайней мере, до  $\mu t$  порядка 4,5.

**Таблица 6.1**

*Дифракционные параметры для длин волн вблизи К-краев поглощения компонент GaAs*

$\lambda_{нм}$	$\chi_{r400} \cdot 10^6$ $\chi_{i400} \cdot 10^6$	$\chi_{r200} \cdot 10^6$ $\chi_{i200} \cdot 10^6$	$\Lambda_{400}$ , мкм	$\Lambda_{200}$ , мкм	$t_{абс} = (\mu \cos \theta)^{-1}$ , мкм
0,1204	9,26 0,3	1,22 0,045	10,8	96,7	59
0,1191	8,92 1,2	1,32 0,907	12,1	88	15
0,1051	7,2 0,753	0,545 0,583	13,5	189	20
0,1040	7,05 1,43	0,81 0,153	13,7	175	11
0,11965	—	1,8 0,043	—	63,3	61
0,12387	—	0,84 0,053	—	143,7	55
0,154056	—	0,7886 0,0117	—	188	30

*Примечание: Абсорбционная глубина  $t_{абс} \approx (\mu \cos \theta)^{-1}$  для  $\lambda = 0,015$  нм составляет 2 272 мкм.*

Еще одним независимым подтверждением динамического характера дифракции РЛ для КЗР может служить, на наш взгляд, и поведение кривых  $T(y)$  углового распределения интенсивности аномально проходящего пучка ( $T$ — пучка). Модифицированный коэффициент отражения  $T(y)$  (дифференциальная отражательная способность) для случая centrosymmetric кристалла имеет вид [27]

$$T(y) = \frac{T_1(y) + T_2(y)}{I_0 \exp(-\mu \cdot t / \gamma)} =$$

$$= 1/4 \left\{ \left[ 1 + y_r / \sqrt{1 + y_r^2} \right]^2 \exp(-\mu t / \gamma \sqrt{1 + y_r^2}) + \right. \quad (6.12)$$

$$\left. + \left[ 1 - y_r / \sqrt{1 + y_r^2} \right]^2 \exp(\mu t / \gamma \sqrt{1 + y_r^2}) \right\},$$

где  $y_r = \Delta\theta \sin 2\theta / |\chi_{rh}|$  — безразмерная угловая координата, пропорциональная значению отклонения от точного значения  $\theta_B$ ; индексы 1 и 2 относятся к разным волновым полям;  $\Delta\theta = \theta - \theta_B$ ;  $I_0$  — интенсивность первичного пучка РЛ.

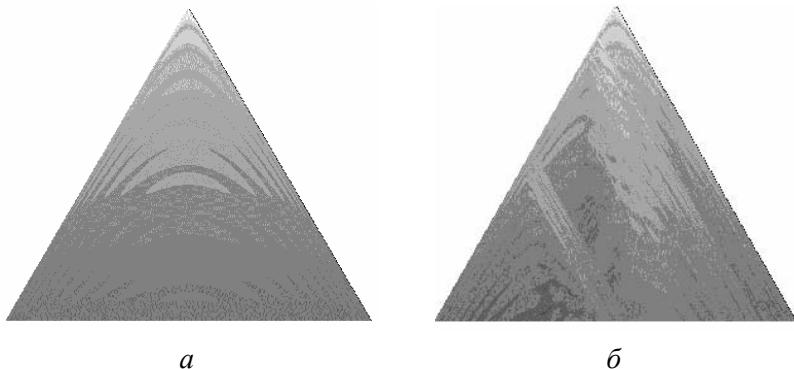


Рис. 6.3. Топограммы кристалла GaAs, рассчитанные методом численного решения уравнений Такаги—Топэна для рефлекса 200: *a* — идеальный кристалл; *б* — реальный кристалл

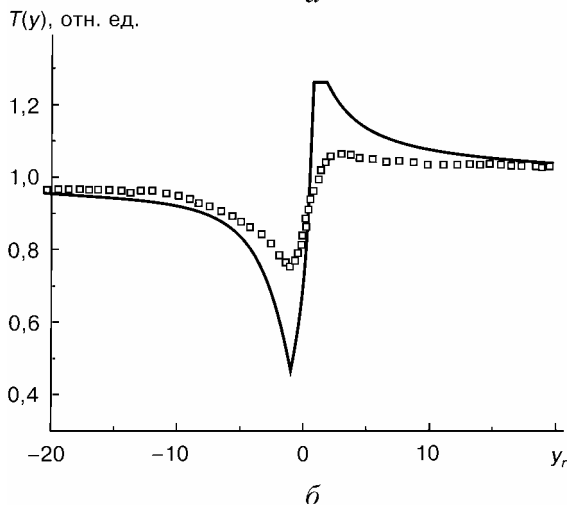
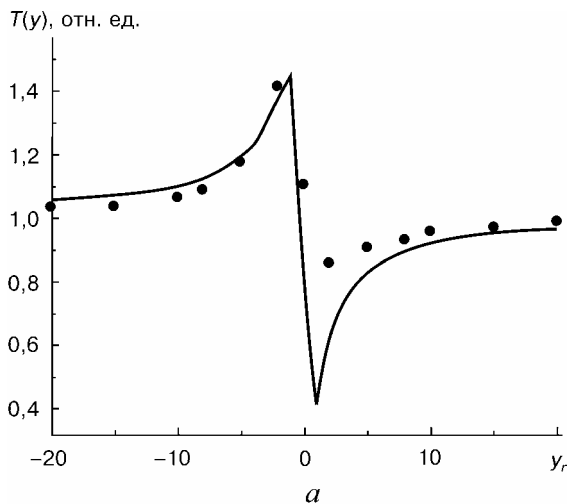


Рис. 6.4. Экспериментальные (точки) и расчетные (линии) распределения интенсивности РЛ в Лауэ-проходящем пучке вблизи точного брэгговского положения ( $y_r=0$ ) для рефлексов 400 (а) и 200 (б) в кристаллах GaAs толщиной  $t = 0,006$  см

физически это будет означать, что более легкие атомы Ga дают больший

Расчетные зависимости  $T(y)$  для равных толщин в GaAs ( $\lambda = 0,1191$  нм) приведены на рис. 6.4. В случае структурного отражения 400 слабо поглощающее поле (поле 1) доминирует при  $\theta < \theta_B$  (наблюдается пик интенсивности проходящего пучка для этих углов и экстинкционный провал для  $\theta > \theta_B$  [28]). В случае же КЗР 200 картина принимает противоположный характер — сильно поглощающая волна (поле 2) доминирует для углов  $\theta > \theta_B$  (наблюдается пик интенсивности), а слабо поглощающая волна (поле 1) — подавлена при  $\theta < \theta_B$

(экстинкционный провал). Поскольку в случае КЗР оба волновых поля локализуются на атомных рядах разных подрешеток, то физи-

вклад в поглощение, чем тяжелые атомы As. Такая ситуация возможна в случае, когда К-краи поглощения атомов подрешеток находятся по разные стороны от длины волны, которая используется в эксперименте.

Перейдем к рассмотрению случая толстого кристалла ( $\mu t > 10$ ). При локализации волновых полей на атомных рядах подрешеток, выражение для интерференционного коэффициента поглощения имеет вид [29]

$$\begin{aligned} \mu_i^{200} = & \mu_\alpha / \gamma [1 - P(\chi_{ih} / \chi_{i0})_\alpha] \exp(-M_\alpha) + \\ & + \mu_\beta / \gamma [1 + P(\chi_{ih} / \chi_{i0})_\beta] \exp(-M_\beta), \end{aligned} \quad (6.13)$$

где  $M_\alpha$  и  $M_\beta$  — температурные факторы Дебая — Валлера для атомов подрешеток  $\alpha$  и  $\beta$ .

Для случая  $M_\alpha, M_\beta \ll 1$ ,  $P = 1$  и близости коэффициента локализации волновых полей к единице ( $\epsilon_\alpha, \epsilon_\beta \sim 1$ ) запишем

$$\mu_i^{200} = (\mu_\alpha / \gamma) M_\alpha + (\mu_\beta / \gamma) [2 - M_\beta], \quad (6.14)$$

где  $\mu_\alpha$  и  $\mu_\beta$  — парциальные коэффициенты поглощения для подрешеток. Из (6.14) следует, что в случае кристаллов с близкими атомными номерами компонент эффект Бормана отсутствует при  $\mu t$  порядка 10 ( $\mu_i^{200} \rightarrow \mu$ ). В случае  $\mu_\alpha < \mu_\beta$  становится возможным аномальное прохождение РЛ, т.е.  $\mu_i < \mu$ .

Анализ толщинных зависимостей ИОС, рассчитанных согласно (6.11) для длин волн вблизи К-краев поглощения атомов GaAs показывает, что осцилляции интенсивности в области даже незначительных уровней поглощения,  $\mu t < 1$ , отсутствуют практически для всех длин волн. Исключение составляет только длинноволновая область вблизи К-края поглощения атомов Ga при  $\Delta\lambda = 0,0005$  нм. Характер рассеяния РЛ для остальных длин волн является кинематическим, которое с ростом уровня поглощения  $\mu t$  сразу после исчезновения осцилляций описывается

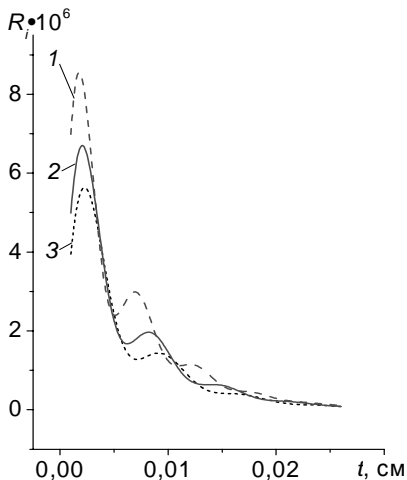


Рис. 6.5. Характер поведения ИОС вблизи К-края поглощения Ga для разных длин волн: 1 —  $\lambda = 0,1196$  нм, 2 —  $\lambda = 0,11965$  нм, 3 —  $\lambda = 0,1204$  нм

датель только в длинноволновой области К-края поглощения атомов Ga. При этом, как показывают расчеты, варьируя ширину спектрального окна ОКС, т.е. подходя ближе к К-краю по длине волны, можно изменять и само значение экстинкционной длины (рис. 6.5). В частности, при  $\lambda = 0,1204$  нм,  $\Lambda = 96$  мкм, а уже при  $\lambda = 0,11965$  нм,  $\Lambda = 63,9$  мкм. Такие вариации значения  $\Lambda$  можно объяснить изменением структурного фактора за счет дисперсионных поправок Г. Хёнля  $\Delta f'$  к функциям атомного рассеяния  $f_0 (f_r = f_0 + \Delta f')$ .

Для анализа влияния степени нестехиометрии на толщинный характер ИОС в [21] были рассчитаны их значения при изменении концентрации компонент, которая может приводить как к увеличению, так и к уменьшению периода осцилляций (рис. 6.6) в зависимости от того обстоятельства, дефицит ато-

нормальным законом спада интенсивности  $\exp(-\mu t / \gamma_0)$ . В пользу этого утверждения свидетельствуют и данные о значении экстинкционных длин  $\Lambda$  (см. табл.6.1), которые значительно превышают толщинный интервал области проявления слабого поглощения ( $\mu t \cong 1$ ). Это значит, что сильно поглощающееся волновое поле, присутствие которого необходимо для проявления маятниковых осцилляций, погибает раньше, чем может проявиться искомое динамическое явление. Таким образом, осциллирующий характер ИОС реально можно наблю-

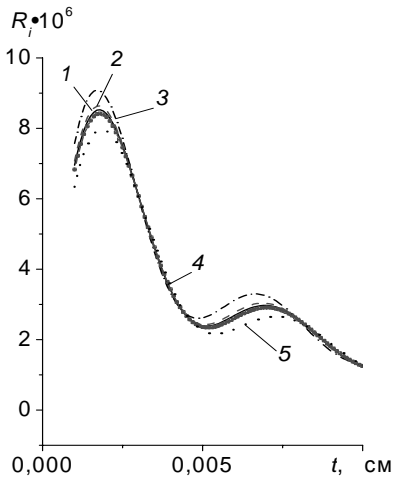


Рис. 6.6. Влияние изменения концентрации компонент GaAs  $\Delta = (C_{Ga} - C_{As})/C_{As}$  на толщинные зависимости ИОС КЗР 200 ( $\lambda = 0,1196\text{nm}$ ): 1 — идеальный кристалл; 2 —  $\Delta = 0,01$ ; 3 —  $\Delta = 0,05$ ; 4 —  $\Delta = -0,01$ ; 5 —  $\Delta = -0,05$

[30, 31], в которой влияние механизмов поглощения и рассеяния энергии РЛ одинаково.

Целью проведенных исследований было установление наиболее оптимальной области длин волн и уровней поглощения для изучения толщинных осцилляций ИОС для КЗР. Предварительные оценки показали, что переход в область очень коротких длин волн порядка  $0,01\text{nm}$  для GaAs не приводит к оптимизации соотношения уровня поглощения и значений  $\Lambda$  и  $\chi_h$ . Например, для  $\lambda = 0,015\text{nm}$  ( $\chi_{rh} = 0,62 \cdot 10^{-8}$ ) значение  $\Lambda_{200} = 2400\text{mkm}$ . При этом, учитывая малое значение  $\chi_{rh}$ , экспериментальное наблюдение осцилляций для таких длин волн, даже с учетом слабого поглощения  $\mu_0 = 4,4\text{cm}^{-1}$ , очень

мов какого сорта реализуется (описываемого знаком параметра нестехиометрии  $\Delta$ ).

Возможное влияние дефектов структуры на ИОС КЗР было промоделировано введением в формулу значения  $\chi_h$ , перенормированного на статический фактора Дебая — Валлера  $\exp(-L_h)$  (6.11). Как следует из рис. 6.7, дефекты, приводят к росту ИОС в исследуемой области  $\mu t$ , а также к качественному изменению периода осцилляций. В отличие от структурных (фундаментальных) рефлексов 400 в данном толщинном интервале отсутствует ярко выраженная точка пересечения ИОС для реального и совершенного кристаллов

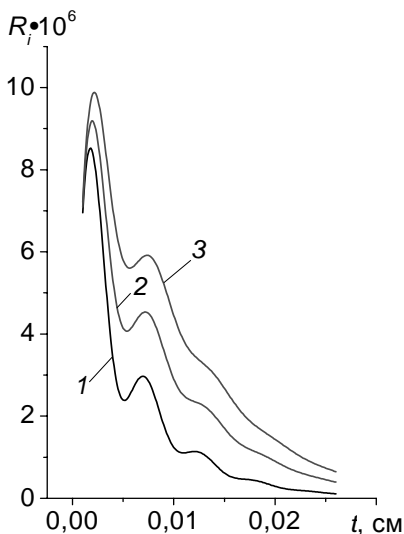


Рис. 6.7. Изменение характера толщинных зависимостей ИОС КЗР 200 ( $\lambda = 0,1196$  нм) при изменении структурного фактора Дебая—Валлера  $L$  в GaAs: 1 — совершенный кристалл; 2 —  $L=0,005$ ; 3 —  $L=0,01$ ; (при  $\mu_{ds}=30$  см $^{-1}$ ,  $\mu_0 = 165$  см $^{-1}$ )

затруднено. Следовательно, длины волн вблизи  $K$ -края поглощения Ga являются наиболее приемлемыми для экспериментального наблюдения толщинных осцилляций ИОС.

Таким образом, в работах [20—23] теоретически и экспериментально показано существование динамического характера Лауэ-дифракции РЛ (толщинных осцилляций интенсивности) в случае КЗР вплоть до  $\mu t = 3$  для длинноволновой области  $K$ -края поглощения атомов Ga. При этом было установлено, что ИОС для КЗР является чувствительной как к дефектам структуры, так и к стехиометрии.

### 6.3. Анализ толщинных зависимостей интегральной отражательной способности вблизи $K$ -краев поглощения компонент кристаллов GaAs для одновременного контроля микродефектов и стехиометрии при использовании квазизапрещенных рефлексов

Прежде чем рассматривать особенности поведения интегральных отражательных способностей для КЗР, проанализируем вклады в дифференциальный коэффициент отражения двух волновых полей, а также интерференционного члена, описывающего их взаимодействие, в точном брэгговском положении



кристалла с учетом лишь  $\sigma$ -поляризации. Коэффициент отражения в этом случае [1]:

$$R_s = \frac{1}{4} \left\{ \exp \left[ -\frac{\mu t}{\cos(\theta)} (1 - \varepsilon) \right] + \exp \left[ -\frac{\mu t}{\cos(\theta)} (1 + \varepsilon) \right] - 2 \exp \left[ -\frac{\mu t}{\cos(\theta)} \right] \cos(2\alpha_s) \right\}, \quad (6.15)$$

$$\text{где } \alpha_s = \frac{\pi |\chi_{rh}| C t}{\cos(\theta) \lambda}.$$

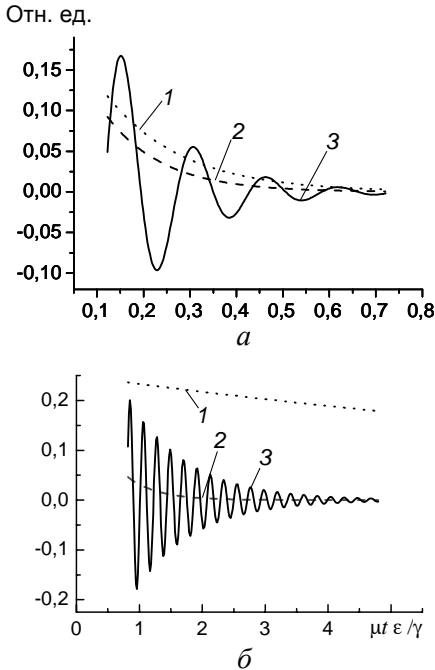


Рис. 6.8. Характер изменения трех составляющих динамического коэффициента отражения при Лауэ-дифракции для слабо- (1), сильно поглощающегося (2) полей и интерференционного члена (3) от параметра  $h = \mu t \varepsilon / \gamma$  в кристалле GaAs: *a* — рефлекс 200; *б* — рефлекс 400

мой части коэффициента Фурье поляризуемости кристалла  $\chi$ .

Анализируя характер изменения трех составляющих динамического коэффициента отражения при Лауэ-дифракции от параметра  $h$ , можно отметить следующие особенности в поведении между структурным 400 и КЗР 200 рефлексами в длинноволновой области К-края поглощения галлия [22].

1. Вследствие малого структурного фактора для отражения 200 ( $F_{200} = A(f_{Ga} - f_{As})$ ), где  $A$  — константа, а  $f_{Ga}$  и  $f_{As}$  — соответственно атомные формфакторы Ga и As с учетом поправок Г. Хёнля на аномальную дисперсию в сравнении с 400 рефлексом период маятниковых осцилляций интенсивности (МОИ) в первом случае во много раз больший, чем во втором.

2. Поскольку вклад слабо поглощающегося поля (первый член в (6.15)) резко уменьшается с ростом параметра  $h$  для рефлекса 200, то сумма всех составляющих коэффициента отражения для КЗР близка к нулю уже при  $h \approx 0.7$ , в то время как для отражения 400 осцилляции пропадают лишь при  $h \approx 4,5$ , а полная амплитуда равна вкладу одной моды, которая слабо поглощается.

3. Эффект Бормана для КЗР не существует, поскольку вклад волновой моды, которая слабо поглощается, быстро приближается к нулю. Таким образом, если для структурного отражения 400 сразу за толщинной областью, где проявляются МОИ, следует участок аномального прохождения РЛ, то для КЗР наблюдается лишь область маятниковых осцилляций.

4. При описании толщинных зависимостей отражательной способности в случае КЗР можно использовать приближенные формулы для тонкого кристалла.

Полная интегральная отражательная способность (ПИОС)  $R_i$  в реальных кристаллах (с дефектами структуры) при дифракции РЛ в тонких кристаллах является, как известно, осциллирующей функцией толщины  $t$  кристалла [1]. Поскольку, как отмечалось в работах [29, 32], для кристаллов с близкими атом-

ными номерами компонентов эффект Бормана для КЗР за счет малости параметра  $\varepsilon$  отсутствует уже при  $\mu t > 4$ , так как интерференционный коэффициент поглощения  $\mu_i = \mu(1 - \varepsilon)$  стремится к  $\mu$ , и сформированный пучок РЛ поглощается по нормальному фотоэлектрическому закону, то рассеяние РЛ в этой области толщин будет описываться формулами кинематической теории. С учетом наличия в кристалле волновых полей с двумя состояниями поляризации ( $\sigma$  и  $\pi$ ) выражение для ИОС запишем в виде

$$\bar{R}_i = (R_i^\sigma + R_i^\pi) / 2. \quad (6.16)$$

Несмотря на интерференционное биение между двумя поляризациями, осциллирующий характер  $\bar{R}_i$  при КЗР все же сохраняется во всем интервале толщин при работе с неполяризованным излучением рентгеновской трубки.

Дефекты структуры при  $h \approx 1$  приводят, как известно [30], к увеличению интенсивности дифрагированного пучка с увеличением толщины за счет диффузной составляющей  $R_D$ , которая является монотонной функцией толщины кристалла:

$$R_i = R_B + R_D = R_i(\chi \exp(-L)) \exp(-\mu_{ds}) + (1 - \exp(-2L)) R_i^k (\chi \exp(-L)) \exp(-\mu_{ds}^*), \quad (6.17)$$

где  $R_B$ ,  $R_i^k$  — соответственно ИОС брэгговской (когерентной) составляющей и идеально-мозаичного кристалла  $\mu_{ds}$  и  $\mu_{ds}^*$  — коэффициенты дополнительных потерь энергии РЛ при диффузном рассеянии (экстинкции) соответственно когерентной и диффузной составляющих ИОС. Кроме дефектов кристаллического строения, которые приводят к диффузному рассеянию, а также к ослаблению когерентной составляющей ИОС, на величину интенсивности и на период осцилляций  $L$  может влиять и степень отклонения от стехиометрического состава кристалла,  $\Delta = C_{Ga} - C_{As}$ , (для идеального кристалла  $C_{Ga} = C_{As} = 1$ ), поскольку

структурный фактор для КЗР, в отличие от структурных рефлексов, сильно зависит от параметра нестехиометрии. Это обстоятельство дает возможность определить одновременно значения  $\Delta$  и статфактора  $L$ . Определяя  $L$  для рефлексов 200 и 400, и изучая его зависимость от вектора дифракции и экстинкционной длины, можно исключить влияние структурных дефектов и учесть вклад в ИОС только отклонения состава реального кристалла от идеального[22].

Проанализируем теперь результаты измерений толщинных зависимостей ИИ или ( $R_i$ ) для рефлексов 200 и 400 в коротко- и длинноволновых областях К-края поглощения атомов Ga ( $\lambda_K = 0,11957$  нм). Методической особенностью данной работы было использование тонких ( $t \leq 100$  мкм) образцов ( $t$  порядка  $\Lambda$ ) при больших углах их наклона ( $\alpha = \pm 60^\circ$ ) вокруг направления вектора дифракции [33] с шагом 10 угловых минут. Толщина образцов выбиралась из условия  $\mu t < 1$ , поскольку, как уже упоминалось при  $\mu t$  около 4 эффект Бормана для этих кристаллов подавлен.

Измерения проводились на длинах волн, которые расположены вблизи К-края поглощения галлия, с учетом ширины спектрального окна прибора, расчетные значения которого составили:  $\Delta\lambda = 0,0005$  нм для 200 и  $\Delta\lambda = 0,00025$  нм для отражений 400 при ширине двух выходных щелей  $s = 0,005$  см.

Для реальных кристаллов непосредственно по ходу экспериментальных толщинных зависимостей ИОС трудно судить о характере поведения толщинных осцилляций из-за уменьшения ИИ с изменением толщины кристалла, связанного с фотоэлектрическим поглощением. Задача упрощается, если в величины ИИ, которые измеряются, ввести рассчитанную поправку на поглощение и аномальное прохождение (путем нормирования кинематической ИОС,  $R_k$ ). Тогда для обработки результатов и расчета параметров  $L$ ,  $\mu_{ds}$ , а также параметра нестехиометрии  $\Delta$  формулы (6.11)—(6.17) преобразуются к виду

$$r_i = \bar{R}_i / R_i^k 2A + 1 - I_0(\mu\epsilon t), \quad (6.18)$$

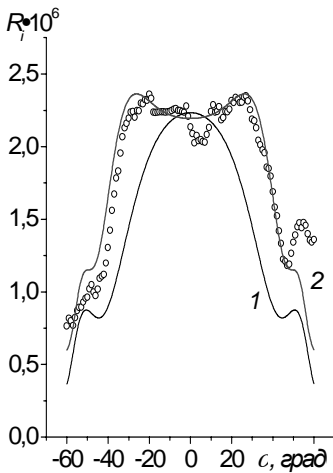


Рис. 6.9. Зависимость ИОС для КЗР 200 от угла наклона образца вокруг нормали к отражающим плоскостям: точки — экспериментальные данные; сплошные кривые — расчетные для идеального кристалла (1) и с учетом параметров структурного совершенства реального образца (2)

с использованием значений  $L$ ,  $\mu_{ds}$ ,  $\chi_r^{200}$  представленных в табл. (6.2). Кривая 1 — результат расчета для идеального кристалла. В расчетах были использованы значения температурных факторов Дебая—Валлера для атомов Ga и As, взятые из [35], а функции атомного рассеяния  $f_{\text{Ga}}^0(200) = 25,778$  и  $f_{\text{As}}^0(200) = 27,168$  — из [36]. Поправки на аномальное рассеяние рассчитывались согласно [37] с использованием сил осцилляторов, вычисленных в [38].

где  $\bar{R}_i$  в свою очередь является функцией подгоночных параметров  $\chi$ ,  $\mu_{ds}$ ,  $L$ . Процедура определения этих параметров в предположении выполнения нормального закона распределения ошибок [34] сводится к поиску минимума функции

$$\Phi = \sum_{i=1}^n (R_i^{\text{exp}} - \bar{R}_i) / \sigma_i^2, \quad (6.19)$$

где  $n$  — число измерений;  $\sigma_i$  — ошибка статистики подсчета;  $R_i^{\text{exp}}$  — экспериментальные значения ИОС.

На рис. 6.9 показана экспериментальная зависимость ИОС (точки) от угла наклона образца GaAs, измеренная для КЗР 200 отражения на длине волны  $\lambda = 0,11965$  нм. Кривая 2, которая, удовлетворительно аппроксимирует, с нашей точки зрения, ход экспериментальной зависимости ИОС, включая их осцилляции, была получена расчетным путем по формуле (6.17) с использова-

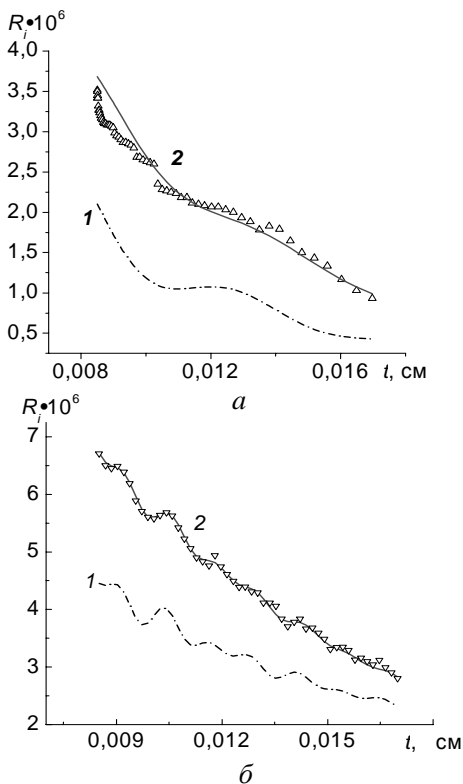


Рис. 6.10. Экспериментальные зависимости  $R_i(t)$  (точки) для рефлексов 200 (а) 400 (б); и расчетные данные: кривая 1 — по формуле (6.11); кривая 2 — по формуле (6.17) для GaAs

измерениях на длинах волн непрерывного спектра. Как следует с анализа представленных на рис. 6.11, а данных для рефлекса 400, нормализованное значение ИОС  $r_i = R_i / R_k \cdot 2A = f(t)$ , сохраняя осциллирующий характер, монотонно возрастает с увеличением толщины даже для идеального кристалла ( $L=0$ ), в отличие от известного случая слабо поглощающего кристалла Si [40], где  $r_i$  осциллирует

На рис. 6.10 приведены экспериментальные и расчетные толщинные зависимости  $R_i$  в кристалле GaAs для рефлексов 200 (а) и 400 (б). Значения статического фактора  $L$  и  $\mu_{ds}$  (см. табл. 6.2) были получены путем обработки экспериментальных результатов для ИИ, с помощью методов, описанных в [39]. В экспериментальных зависимостях ИОС от толщины были использованы данные, как правых, так и левых частей графиков угловых зависимостей (см. рис. 6.9). Анализ данных зависимости на рис. 6.10, б показывает, что, несмотря на относительно малые значения  $\Lambda_{400}$  в сравнении с  $\Lambda_{200}$  и паразитное влияние биений  $\sigma$ - и  $\pi$ - составляющих интенсивностей, можно использовать ОКС для наблюдения маятниковых осцилляций ИОС для рефлекса 400 при

**Таблица 6.2**

*Характеристики структурного совершенства, а также дифракционные параметры рассеяния для различных рефлексов hkl в кристалле GaAs в длинноволновой области вблизи К-края поглощения Ga*

<i>hkl</i>	<i>L</i>	$\frac{\Delta L}{L}$ , %	$\mu_{ds}$ , см <sup>-1</sup>	$\frac{\Delta\mu_{ds}}{\mu_{ds}}$ , %	$\chi \cdot 10^5$ теор.	$\chi \cdot 10^5$ эксп.	$\Lambda_0 \cdot 10^3$ , см теор.	$\Lambda_0 \cdot 10^3$ , см эксп.	$\frac{F_{0эксп}}{F_0}$
200	0,067 5±0,00 3	4,5	21,46 ±2	9	0,163	0,232	6,729	5,27	1,239
400	0,017± 0,0005	3	20±1	5	0,871	0,870	1,586	1,596	0,994

*Примечание: Как известно [1],  $\chi = (\epsilon^2/mc^2)\lambda^2/F/\pi V$ . В свою очередь для КЗР *F* имеет величину порядка  $(Cf_{Ga} - Cf_{As})$  [13] с учетом поправок Г. Хёня на аномальную дисперсию. Поэтому  $\chi$  является функцией  $\Delta = C_{Ga} - C_{As}$ . Значение  $\Lambda_0^{эксп}$  было получено умножением  $\Lambda^{эксп}$  на  $\exp(L)$ .*

вокруг значения, равного 1. Это возрастание  $r_i^{400}$  обусловлено влиянием члена  $I_0(\mu\epsilon t)$ , который учитывает в формуле (6.11) поглощение волновых полей. Здесь же следует сказать, что из зависимости величины наклона ( $\mu_i = \mu \cdot (1 - \epsilon) + \mu_{ds}$ ) толщиной зависимости ИОС, измеренной в коротковолновой области К-края поглощения ( $\mu \approx 8$ ) для рефлекса 400, было независимо определено значение  $\mu_{ds} = 21 \text{ см}^{-1}$ , которое хорошо согласуется с найденными выше значениями.

Совсем иная ситуация наблюдается в случае КЗР (рис. 6.11, б), на котором приведены экспериментальные и расчетные толщинные зависимости ИОС для рефлекса 200. Поведение экспериментальных зависимостей свидетельствует о наличии значительной диффузной составляющей интенсивности (увеличение ИОС по сравнению с расчетной кривой для идеального кристалла). Обработанные по известным методикам [39, 41] экспериментальные

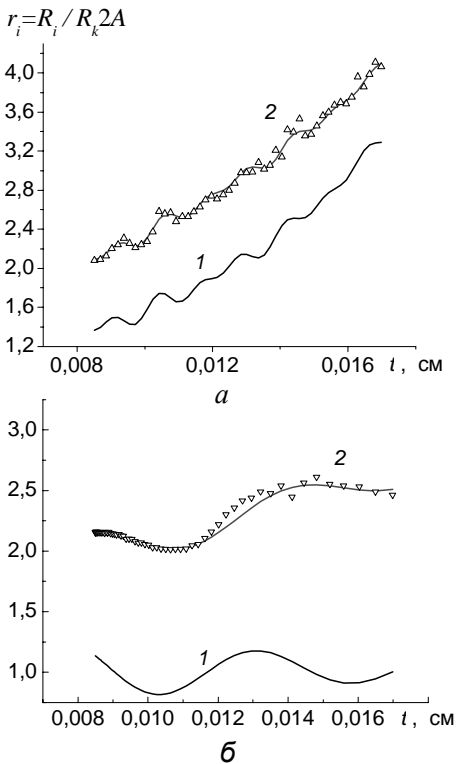


Рис. 6.11. Толщинные зависимости приведенной интенсивности  $r_i$  для рефлекса 400 (а) и 200 (б) в GaAs ( $\lambda=0,1198$  нм): кривая 1 — расчет для идеального кристалла; кривая 2 — расчеты для реального образца с параметрами  $L$  и  $\mu_{ds}$ ; точки — экспериментальные данные

края Ga) показывают, что вкладом упругих напряжений можно пренебречь ( $R_i^{400} / R_i^{\overline{400}} \approx 1,06$ ). Тогда, уменьшение экстинкционной длины, которое наблюдалось в эксперименте (увеличение структурного фактора), нужно отнести, по-видимому, за счет изменения химического состава кристалла (отклонение от сте-

результаты дали возможность получить значение структурного фактора  $F$  для отражения 200 в реальном кристалле.

Экспериментальные значения  $F_{200}^{\text{эксп}}$  отличаются от расчетных  $F_{200}^C$  для длины волны  $\lambda = 0,1198$  нм с учетом влияния структурных дефектов, которые учитываются параметром  $L$ , что свидетельствует о влиянии каких-то дополнительных факторов на параметр  $L$ . Увеличение  $F_{200}^{\text{эксп}}$  в сравнении с  $F_{200}^C$  можно было бы трактовать как влияние возможных макроскопических упругих полей в образце. Однако такого эффекта не наблюдается в случае структурного отражения 400. Кроме того, измерение ИОС для фриделевской пары отражений 400 и  $\overline{400}$  [42] в условиях аномального прохождения (коротковолновая область К-



хиометрии). Расчет изменения  $F_{200}$  вследствие возможного влияния указанного выше фактора (последняя колонка табл.6.2) отвечает вариациям параметра нестехиометрии  $\Delta$  в интервале  $10^{-3} \div 10^{-4}$ , что отвечает изменениям концентрации компонентов кристалла на уровне  $10^{18} \div 10^{19} \text{ см}^{-3}$ .

Для квазизапрещенного рефлекса 200 значение нормализованной ИОС,  $r_i$ , осциллирует вокруг значения, равного 1 (рис. 6.11, б). Это означает, что реализуется случай слабопоглощающего кристалла (хотя значения параметра поглощения  $\mu t$  одни и те же, как и в случае обычного структурного отражения 400). Такой эффект обусловлен малым значением коэффициента локальности поглощения волновых полей  $\epsilon$  ( $\epsilon_{200}=0,14$ ).

Анализ полученных результатов показывает, что значение  $L$  для КЗР 200 значительно превышает значение этого параметра для рефлекса 400. Определенные из значений  $L$  значения плотности дислокаций, согласно [43], для рефлексов 200 и 400 составляют соответственно  $N_d^{200} = 5,04 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$  и  $N_d^{400} = 8,96 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ . Это подтверждает найденную в [31] зависимость  $L$  от  $H\Lambda^2$  при постоянной плотности дислокаций, где  $H$  — вектор дифракции.

В результате проведенных исследований установлено существование вблизи  $\lambda_K^{\text{Ga}}$  динамического характера рассеяния РЛ (МОИ в длинноволновой и эффекта Бормана в коротковолновой областях, соответственно) для КЗР в кристаллах GaAs. При этом показано, что количественное описание толщинных зависимостей ИОС КЗР для первой из областей можно проводить по приближенным формулам динамической теории для тонкого непоглощающего кристалла.

Кроме того, такие эксперименты наиболее целесообразно проводить с использованием синхротронного излучения, благодаря целому ряду его преимуществ перед рентгеновским (поляризованное излучение, большая интенсивность первичного пучка, а также малая его расходимость), что позволяет более

близко подойти к К-краю поглощения, а значит, и существенно уменьшить экстинкционные расстояния для КЗР).

#### **6.4. Маятниковые осцилляции интенсивности в кристаллах GaP в условиях асимметричной Лауэ-дифракции рентгеновских лучей**

Целью работы [23] было изучение различий в характере рассеяния РЛ для КЗР и структурных рефлексов при Лауэ-дифракции в бинарных кристаллах GaP, атомы подрешеток которых характеризуются бóльшей разностью атомных формфакторов по сравнению с GaAs, а также влияния структурных дефектов на МОИ и возможности контроля нестехиометрии в таких кристаллах.

Кроме того, исследовалась также целесообразность использования метода асимметрической Лауэ-дифракции, при которой можно управлять эффективным значением экстинкционной длины в кристалле  $\Lambda$  [44], что позволяет значительно уменьшить ее значения для КЗР по сравнению с таковым для симметричной дифракции.

Кристаллы GaP представляли интерес для исследований и потому, что одна из подрешеток, как и в случае GaAs, построена из атомов Ga, которые дают основной вклад в коэффициенты фотоэлектрического поглощения при измерениях на длинах волн вблизи К-края Ga. При этом в отличие от кристаллов GaAs с близкими атомными формфакторами компонентов, для КЗР в GaP ( $f_{Ga} \gg f_P$ ) вклады в дифференциальный коэффициент отражения  $R(y)$  [1] сильно и слабо поглощающихся волновых полей различаются сильнее, поскольку коэффициент локальности поглощения волновых полей  $\epsilon$ , равный отношению мнимых частей коэффициентов Фурье восприимчивости ( $\epsilon = \chi_{ih} / \chi_{i0}$ ) в этом случае достигает более высоких значений ( $\epsilon_{200}^{GaP} = 0,25$ ,  $\epsilon_{200}^{GaAs} = 0.14$ ).

Кроме того, вклады в ИОС волновых полей двух поляризаций как для структурного рефлекса 111, так и для КЗР 222, в Ga различаются значительно меньше, чем в случае GaAs. Это обстоятельство, с нашей точки зрения, должно было бы улучшить видность МОИ в кристаллах GaP по сравнению с таковой в случае GaAs. Применение асимметрических отражений позволяет использовать ряд особенностей, которые в значительной мере связаны с влиянием дополнительного члена в формуле для полного интерференционного коэффициента поглощения (ИКП)  $\sigma_m$  волновых полей [1], который может, как увеличивать, так и уменьшать значения интерференционного поглощения в зависимости от геометрии съемки.

В случае приближения слабого поглощения идеальным кристаллом толщиной  $t$  для асимметрического случая Лауэ-дифракции ИОС, как известно [31],

$$R_i^{as} = P\pi|\chi_{rh}|\sqrt{1+\kappa^2}(2\sin 2\theta)^{-1}\sqrt{\gamma_h/\gamma_0}(1\pm\kappa\sin v_h)\exp(-\sigma_m t)\times \\ \times \left\{ \int_0^{2A} J_0(x)dx + I_0(\mu\epsilon t P/\sqrt{\gamma_0\gamma_h}) - 1 \right\}, \quad (6.20)$$

где  $P$  — фактор поляризации;  $\chi_h = \chi_h^\alpha - \chi_h^\beta$  — коэффициенты Фурье восприимчивости бинарного кристалла ( $\alpha, \beta$  — атомы подрешеток),  $J_0(x)$ ,  $I_0(\mu\epsilon t C/\sqrt{\gamma_0\gamma_h})$  — функция Бесселя нулевого порядка, соответственно, действительного и мнимого аргументов;  $A = \pi t/\Lambda$ ;  $\Lambda = \lambda\sqrt{\gamma_0\gamma_h}/P\chi_h$  — экстинкционная длина;  $\kappa = \chi_{ih}/\chi_{rh}$ ;  $\gamma_0 = \cos(90 - \theta - \varphi)$  и  $\gamma_h = \cos(90 + \vartheta - \varphi)$  — направляющие косинусы, соответственно, для падающего и дифрагированного пучков.  $\varphi$  — угол между поверхностью образца и отражающими плоскостями. Остальные обозначения в (6.20) полностью отвечают [31]. Из (6.20) следует, что и в случае КЗР период осцилляций ИОС и ИКП в кристалле изменяются по отношению к симметричному случаю дифракции. Это можно проиллюстрировать с помощью рис. 6.12, полученного путем численных рас-

четов по (6.20) для идеального кристалла. В теоретических расчетах ИОС реального кристалла использовалась формула, обобщенная на случай асимметричной дифракции [31]:

$$R_i^{as} = \left[ R_i^{id} + \gamma_h / \gamma_0 (\text{sh}(\bar{\mu}t) / (\bar{\mu}t)) R_i^K \right] \exp(-m(h+z)), \quad (6.21)$$

где  $R_i^{id}$  и  $R_i^K$  — соответственно, ИОС идеального и мозаичного кристаллов,  $\bar{\mu} = 0,5\mu(\gamma_0^{-1} - \gamma_h^{-1})$ ;  $m$  — комбинация направляющих косинусов,  $z = \mu_{ds}t / \bar{\gamma}$ .

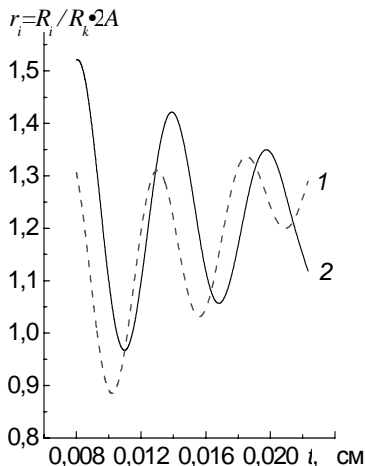


Рис. 6.12. Расчетные толщинные зависимости нормализованной ИОС для рефлекса 222 в GaP: 1 — асимметричное отражение ( $\Lambda=0,0053$  см); 2 — симметричное отражение ( $\Lambda=0,0059$  см)

Далее, рассмотрев модели дефектов соединения GaP в области гомогенности, и учтя положения атомов в решетке стехиометрического кристалла, получим аналогично тому, как это сделано в работе [25], выражение для структурного фактора реального образца  $F_{h0}^{экср}$ , который включает в себя температурный множитель Дебая—Валлера  $\exp(-M_j)$ , и параметр нестехиометрии  $\Delta = C_{Ga} - C_P$  ( $C_i$  — концентрация  $i$ -ой компоненты кристалла):

$$F_{h0}^{экср} = 4 \left[ (1 - \Delta) f_{Ga} - f_P \right] \quad (6.22)$$

$$\Delta = (F_0^T - F_0^{экср}) / 4 f_{Ga},$$

где  $F_{h0}^T$  и  $F_{h0}^{экср}$  — структурные факторы, соответственно, для стехиометрического и реального кристаллов, которые учитывают влияние температурного и статического факторов Дебая—Вал-

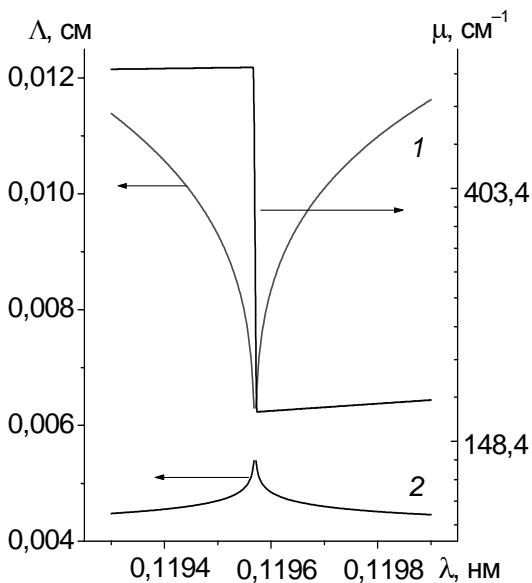


Рис. 6.13. Изменение поведения экстинкционной длины  $\Lambda$  и нормального коэффициента поглощения  $\mu$  для кристаллов GaAs(1) и GaP(2) вблизи К-края поглощения Ga

приятый может быть работа на длинах волн вблизи К-краев поглощения вещества. С этой целью измерялись толщинные зависимости ИИ или  $R_i$  для рефлексов  $\bar{2}00$  и  $222$  в коротко- и длинноволновых областях длин волн вблизи К-края поглощения атомов Ga ( $\lambda_K=0,11957$  нм). Однако одного этого условия недостаточно для решения задачи. Для четкого наблюдения в эксперименте МОИ для КЗР необходим тщательный подбор оптимального соотношения параметров рассеяния и поглощения для этой области длин волн (рис. 6.13). Анализ данных этого рисунка приводит к выводу, что в этих исследованиях необходимо использовать достаточно тонкие ( $t \leq 100$  мкм) образцы ( $t \approx \Lambda$ ) при измерениях на длинах волн  $\lambda_2 = 0,11972$  нм для GaP и

лера. Атомный фактор  $f$  каждого из компонентов согласно Г. Хёнлю  $f = f_0 + \Delta f' + \Delta f''$ . Таким образом, восприимчивость кристалла  $\chi$  является функцией параметра  $\Delta$ .

Результаты, полученные ранее для кристаллов GaAs [22], показывают, что в случае КЗР экстинкционные расстояния  $\Lambda$  для длин волн характеристического спектра могут в несколько раз превышать реальную толщину кристаллов. Поэтому необходимо было принимать специальные меры по уменьшению  $\Lambda$ . Одним из таких меро-

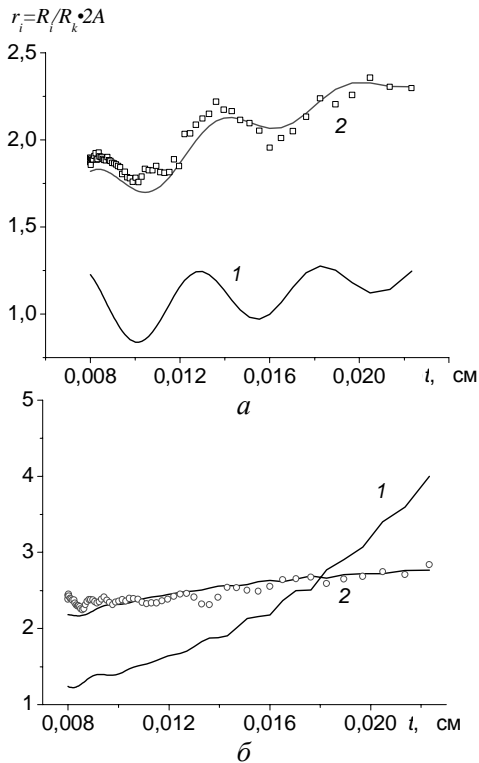


Рис. 6.14. Толщинные зависимости нормализованной ИОС для КЗР 222 (а) и 111(б) в GaP: 1 — расчетная кривая для идеального кристалла; 2 — расчетная кривая с учетом подгоночных параметров структурного совершенства; точки — экспериментальные данные

использованием формулы (6.20) для совершенного стехиометрического кристалла, а зависимости 2 — с учетом подгоночных параметров  $\chi, L, \mu_{ds}$  (см. табл. 6.3). Как следует с графиков для КЗР

$\lambda_2 = 0,11984 \text{ нм}$  для GaAs, на которых поправки Г. Хёнля к  $f_{\text{Ga}}$  могут существенно увеличить структурный фактор КЗР в случае GaAs и уменьшить его, аналогично структурным рефлексам, в GaP. Уровень поглощения при этом не подавляет составляющих двух волновых полей ( $\mu\epsilon \approx 0,25$ ).

Введя поправку на поглощение и аномальное прохождение, и используя формулу (6.18), получим значения приведенных интенсивностей, которые не зависят от уменьшения ИИ с увеличением толщины кристалла, связанного с фотоэлектрическим поглощением.

Нами получены, толщинные зависимости ИОС для отражения  $2\bar{2}2$  (рис. 6.14, а) КЗР в GaP, а также для рефлекса 111 (рис.6.14, б). Кривые 1 рассчитывались с использованием

Таблица 6.3

Параметры рассеяния и структурного совершенства для различных отражений  $hkl$  в кристаллах GaP

$hkl$	$L$	$\mu_{ds}, \text{см}^{-1}$	$\Lambda_0^{\text{теор}}, \text{см}$	$\Lambda_0^{\text{эксп}}, \text{см}$	$\frac{F_{h0}^{\text{эксп}}}{F_{h0}^{\text{теор}}}$	$\Delta \cdot 10^3$
$\bar{2}\bar{2}2$ GaP	0,0978 $\pm$ 0,0045	35 $\pm$ 3	0,00587	0,00548 $\pm$ 0,00002	1,075	8,3
$\bar{1}\bar{1}1$ GaP	0,0297 $\pm$ 0,0037	41 $\pm$ 5	0,00158	0,0016 $\pm$ 0,00007	0,987	$\sim$ 0

Примечание. Экстинкционные длины  $\Lambda_0^{\text{теор}}$  были рассчитаны с использованием поляризуемости  $\chi$  совершенного кристалла:  
 $\Lambda = \lambda \cos \theta / P |\chi_h|$ .

222 в GaP, период МОИ реальных кристаллов удовлетворительно описывается параметрами структурного совершенства, введенными в формулу (6.21). Сравнение, например, значений коэффициентов Фурье поляризуемости кристаллов  $\chi_{r222}$ , рассчитанных для реального кристалла GaP и длины волны, на которой проводились измерения, (с учетом ширины спектрального окна прибора), а также полученных экспериментально значений  $\chi_{r222} \exp(L)$ , то есть практически свободных от влияния дефектов структуры, указывает на увеличение последнего. Это свидетельствует, вероятно, о влиянии дополнительных факторов на параметр  $\chi$ . Как указывалось раньше [45], это влияние может быть вызвано отклонением от стехиометрического состава образца, что влечет за собой изменения структурного фактора. Рост  $F_{h0}^{\text{эксп}}$  в сравнении с  $F_{h0}^{\text{теор}}$  легко объяснить на основе результатов работы [46], где указывается на увеличение концентрации вакансий фосфора ( $V_P$ ) в кристаллах GaP с избытком

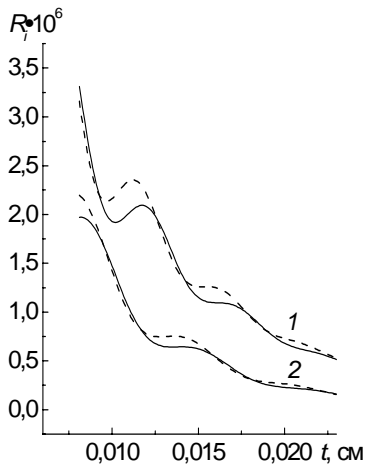


Рис. 6.15. Толщинные зависимости ИОС КЗР для идеального (сплошные кривые) и нестехиометрического (штриховые кривые) кристаллов: GaAs (1) — рефлекс 200 и GaP реального (2) — рефлекс 222 при  $\Delta=0,05$

упругих напряжений. Измеренное отношение интенсивностей  $Y = R_i(\overline{hkl}) / R_i(hkl)$  для фриделевских пар симметричных Лауэ-рефлексов типа 220, которое незначительно отличается от единицы ( $Y=1,012$ ), дало основание нам [22] исключить влияние упругих деформаций.

Экспериментальные и расчетные толщинные зависимости ИОС для структурного асимметрического рефлекса  $1\bar{1}1$  при длине волны  $\lambda_2 = 0,11984$  нм вблизи К-края поглощения атомов Ga (рис. 6.14, б) свидетельствует о том, что для этих рефлексов влияние нестехиометрии на структурный фактор незначительно (меньше ошибки измерений).

галлия. Несложный расчет показывает, что к такому эффекту (увеличение  $F_h$  на 7%) может привести изменение в концентрации ( $V_p$ ) порядка  $1 \cdot 10^{20}$  см<sup>-3</sup>. Для сравнения отметим, что изменения концентрации Ga в кристаллах GaAs на этом же уровне приводят к изменению  $\chi_{r_{200}}$  примерно на 25%. Таким образом, влияние нестехиометрии в кристаллах Ga на отражательную способность рентгеновских лучей для КЗР значительно меньше (рис. 6.15), чем в случае кристаллов GaAs, что вызвано, по-видимому, более резким различием значений атомных факторов  $f_{Ga}$  и  $f_p$ .

Другим возможным механизмом роста структурного фактора, как отмечалось в параграфе 6.3, может быть влияние возможных



Измерения же в коротковолновой области вблизи К-края поглощения Ga ( $\lambda_1 = 0,1193$  нм), где наблюдается чистый эффект Бормана, дали возможность согласно [47, 48] независимым путем определить  $\mu_{ds}$ . Оба параметра ( $L$  и  $\mu_{ds}$ ), полученные этими методами, оказались близкими к значениям, рассчитанных методом подгонки.

Следовательно, с нашей точки зрения в [22] показана возможность наблюдения маятниковых осцилляций интенсивности для КЗР в кристаллах GaP, характеризующихся сравнительно большой разностью атомных формфакторов компонентов. Установлено, что чувствительность МОИ для КЗР к отклонениям в химическом составе этих кристаллов значительно слабее, чем в GaAs. Однако она, по-видимому, достаточна для контроля с помощью регистрации МОИ для КЗР изменений в подрешетках GaP за счет замещения ее узлов атомами тяжелых элементов.

### **6.5. Анализ энергетических зависимостей интегральной отражательной способности при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей в GaAs при равенстве нулю действительной части структурного фактора**

Ранее было известно [1—6], что для описания поведения интенсивности дифракционного максимума вблизи К-края поглощения вещества нужно использовать формулы динамической теории рассеяния, которая учитывает вклад соответствующей действительной и мнимой частей функции атомного рассеяния в поляризуемости  $\chi$  кристалла. В плане изучения особенностей дифракции РЛ для КЗР, весьма интересной является ситуация, когда соответствующая действительная часть структурного фактора для  $h$ -го отражения с учетом поправок к функциям атомного рассеяния на аномальную дисперсию  $f_0(\vec{h}) + f'(\omega)$  может быть равной нулю. Модифицированная

теория рассеяния РЛ для этого случая рассмотрена в работе [49]. Основным результатом этой работы, с нашей точки зрения, есть установление факта существования маятниковых осцилляций интенсивности на кривой качания в случае Лауэ-дифракции, которая описывается лишь мнимой частью функции атомного рассеяния, а также факта наличия узких кривых качания в случае брэгговской дифракции. Ситуация, когда  $f_0(\vec{h}) + f'(\omega) = 0$ , была реализована экспериментально в [12] при измерениях ИИ вблизи К-края поглощения Ge. В работе [13] осуществлена попытка использования этой области длин волн при обосновании метода контроля параметра нестехиометричности кристаллов в геометрии Брэгга, принимая априори, что рассеяние РЛ происходит в кинематическом режиме, когда полная интегральная отражательная способность (ПИОС) кристалла, которая состоит из когерентной и диффузной составляющих, не зависит, согласно теории М.А.Кривоглаза [24], от дефектов структуры.

Рассмотрим, следуя работе [49], основные положения модифицированной теории рассеяния для особого случая, когда реальная часть Фурье-компоненты поляризуемости кристалла  $\chi_{rh} = 0$ . Действительная и мнимая части Фурье-компонент поляризуемости хорошо аппроксимируются выражениями:

$$\chi_{rh} = -(4\pi/V\omega^2) \sum_j (f_j^0 + f_j') \exp(i2\pi hr_j) M_j, \quad (6.23)$$

$$\chi_{ih} = -(4\pi/V\omega^2) \sum_j (f_j'') \exp(i2\pi hr_j) M_j. \quad (6.24)$$

Здесь  $M_j$  — динамический фактор Дебая — Валлера, остальные обозначения соответствуют общепринятым.

Разность фаз для этих Фурье-компонент запишется как

$$\delta = \alpha_{ih} - \alpha_{rh}. \quad (6.25)$$

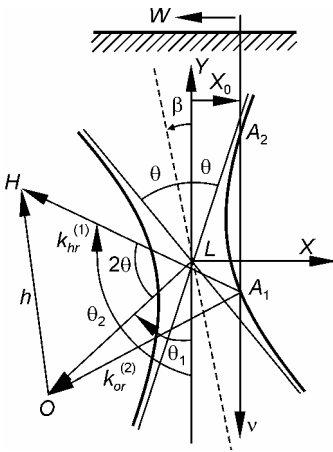


Рис. 6.16. Дисперсионная поверхность в обратном пространстве [51] ( $v$  — нормаль, пересекающая ДП в точках возбуждения  $A_1$  и  $A_2$ )

положения Брэгга зависит от геометрических факторов:

$$W = -X_0(\sin 2\theta) / \left[ (\cos \theta_1)(\cos \theta_2) \right]^{1/2} \vec{k}_{or} |\chi_h|. \quad (6.28)$$

Обозначения используемых здесь параметров приведены на рис. 6.16. С целью упрощения выражения для интенсивности пучка введем следующие обозначения:

$$g = \chi_{i0} / |\chi_h|, \quad (6.29)$$

$$g' = g(\sin \theta)(\cos \beta) / \left[ (\cos \theta_1)(\cos \theta_2) \right]^{1/2}. \quad (6.30)$$

Дифференциальная отражательная способность для случая Лауэ-дифракции запишется в виде

Тогда важное произведение величин  $\chi_h$  и  $\chi_{\bar{h}}$ , используемое в динамической теории, запишется как

$$\chi_h \chi_{\bar{h}} = |\chi_h|^2 (1 - b^2 + i2p \cos \delta). \quad (6.26)$$

Здесь

$$\begin{aligned} |\chi_h|^2 &= |\chi_{rh}|^2 + |\chi_{ih}|^2, \\ b &= \sqrt{2} |\chi_{ih}| / |\chi_h|, \\ p &= |\chi_{rh}| \cdot |\chi_{ih}| / |\chi_h|^2. \end{aligned} \quad (6.27)$$

Таким образом, из этих выражений видно, что параметр  $b = 0$  при  $\chi_{ih} = 0$  и принимает максимальное значение  $2^{1/2}$ , когда  $\chi_{rh} = 0$ . Резонансная ошибка  $W$ , характеризующая отклонение дифракционных условий от точного

$$P_h / P_0 = \exp(-\mu H')(1 - 2p \sin \delta) \left[ \sin^2(sH \operatorname{Re} L^{1/2}) + \sinh^2(sH \operatorname{Im} L^{1/2}) \right] / |L^{1/2}|^2, \quad (6.31)$$

где  $H'$  — толщина кристалла,  $\mu$  — линейный коэффициент поглощения.

Выражения для параметра  $L$  в (6.31), являющегося, в конечном счете, функцией коэффициента Фурье  $\chi_h$ , имеют вид

$$\begin{aligned} |L^{1/2}|^2 &= (A^2 + B^2)^{1/2}, \\ \operatorname{Re} L^{1/2} &= \left[ A + (A^2 + B^2)^{1/2} \right]^{1/2} / \sqrt{2}, \\ \operatorname{Im} L^{1/2} &= \pm \left[ -A + (A^2 + B^2)^{1/2} \right]^{1/2} / \sqrt{2}, \end{aligned} \quad (6.32)$$

где  $A = W^2 + 1 - g'^2 + b^2$ ;  $B = 2(g'W - p \cos \delta)$ ; знак “+” для  $g'W - p \cos \delta \geq 0$  и знак “-” для  $g'W - p \cos \delta \leq 0$ .

Параметры  $s$  и  $H'$  имеют вид

$$\begin{aligned} s &= \pi \bar{k}_{0r} |\chi_h| / |(\cos \vartheta_1)(\cos \vartheta_2)|^{1/2}, \\ H' &= H(\cos \vartheta)(\sin \beta) / (\cos \vartheta_1)(\cos \vartheta_2). \end{aligned} \quad (6.33)$$

Для случая симметричного отражения и соблюдения условий  $g' = 0$ , а также  $\chi_{rh} = 0$  дифференциальная отражательная способность запишется в виде

$$P_h / P_0 = \exp(-\mu H') \left\{ \sin^2 \left[ sH(W^2 - 1)^{1/2} \right] \right\} / (W^2 - 1). \quad (6.34)$$

Для точного Брэгговского положения кристалла это выражение принимает вид

$$P_h / P_0 = \exp(-\mu H') \left[ \exp(2sH) + \exp(-2sH) + 2 \right] / 4. \quad (6.35)$$

В этом выражении первый член отвечает аномальному прохождению РЛ, а второй — их аномальному поглощению. Для случая  $sH \geq 1$  имеем

$$P_h / P_0 = \exp[-\mu H'(1 + 1/g)]/4, \quad (6.36)$$

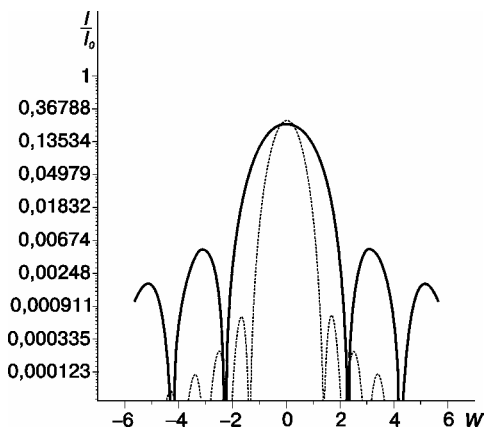


Рис. 6.17. Кривые качания для случая Лауэ-дифракции КЗР и разных толщин кристалла (сплошная кривая  $t=0,0068$  см, штриховая —  $t=0,01$  см)

для случая  $\chi_{rh} = 0$ . Они дают возможность определить мнимую часть коэффициентов Фурье-поляризуемости из кривых отражения. Выражение для интегральной интенсивности дифракционного максимума имеет вид

$$R_h = (|\cos \vartheta_2| / \cos \vartheta_1)^{1/2} (|\chi_h| / \sin 2\vartheta) \int (P_h / P_0) dW. \quad (6.37)$$

Эта формула в отличие от аналогичных выражений для идеального кристалла справедлива и в случае, когда  $\chi_{rh} = 0$ . Однако для реального кристалла, содержащего дефекты структуры, необходимо проанализировать соответствующие выраже-

и аномальное прохождение имеет максимум, равный 0,25, когда  $|\chi_{ih}| = |\chi_{io}|$ , т.е.  $g = -1$ . Кривые отражения для разных толщин кристалла приведены на рис. 6.17. Как видно из графика, значение пиковой интенсивности увеличивается с ростом толщины кристалла при уменьшении полуширины осцилляций. Еще один интересный результат, вытекающий из анализа этого рисунка, заключается в наличии маятниковых осцилляций интенсивности

ния, содержащие когерентную и диффузную составляющие с учетом  $\chi_{rh} = 0$ .

Работа [50] посвящена изучению характера рассеяния РЛ для КЗР в реальных кристаллах GaAs в случае, когда соответствующая действительная часть структурного фактора равна нулю, а также выяснению влияния структурных дефектов и нестехиометрии на поведение ИИ дифракционных максимумов этой области длин волн.

Из (2.20) следует, что реализовать условие  $f_0(\vec{h}) + f'(\omega) = 0$ , которому пропорционален фактор  $F_{rh}$ , можно, используя отражения с большими значениями дифракционного вектора ( $f_0(\vec{h})$  уменьшается с ростом  $\vec{h}$ ) при измерениях вблизи К-края поглощения монокристалла, где поправки Хёня  $f'(\omega)$  имеют большие отрицательные значения. Этот случай, когда структурный фактор  $F_h$  определяется полностью мнимой частью  $f$ , был реализован, как уже упоминалось, в работе [12] на примере кристалла Ge. В бинарных же кристаллах, например в GaAs, ситуацию, когда  $F_{rh} \rightarrow 0$ , легко реализовать при использовании КЗР 200 и области длин волн, расположенных между К-краями поглощения компонент ( $F_{rh} \sim [c_{Ga}(f_{Ga} + f'_{Ga}) - c_{As}(f_{As} + f'_{As})] \rightarrow 0$ , где  $c_{Ga}$ ,  $c_{As}$  — атомные концентрации компонент GaAs). Атомы решетки типа сфалерита для отражений типа  $h + k + l = 4n + 2$  ( $n = 0, 1, \dots$ ) рассеивают в противофазе. Отсюда вытекает, что равенство структурного фактора нулю, вызвано тем обстоятельством, что существует спектральная область, где  $(f_0 + f')_{Ga} = (f_0 + f')_{As}$  в промежутке длин волн между К-краями поглощения (рис.6.18). Любопытно, что в этой области длин волн для КЗР оказывается значительной мнимая часть функции атомного рассеяния  $f''(\omega)$  за счет скачка поглощения на К-крае атомов галлия ( $f''(\omega) \geq f_0(\vec{h}) + f'(\omega)$ ). На

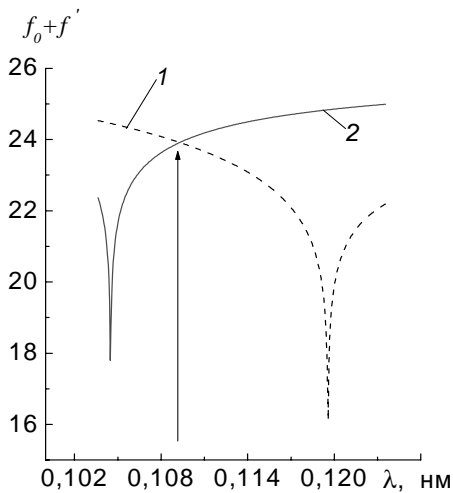


Рис. 6.18. Энергетическая зависимость действительных частей атомного формфактора для атомов Ga (кривая 1) и As (кривая 2); стрелкой обозначена длина волн, где  $(f_0 + f')_{\text{Ga}} = (f_0 + f')_{\text{As}}$

[38]. Видно, что для длин волн вблизи 0,109 нм  $\chi_{ih} \gg \chi_{rh}$ . Интегральная отражательная способность идеального кристалла для этого случая может быть рассчитана по формулам (6.37) и модифицированной теории [49]. Для подтверждения правомерности использования этих формул в случае КЗР проводилось сравнение значений ИОС, рассчитанных по (6.37) и формулам для идеального кристалла [1]. При этом учитывался вклад в  $\chi_h$  как действительной, так и мнимой составляющих. Удовлетворительное согласование таких расчетов, позволило в дальнейшем использовать их при  $\chi_{rh} = 0$  для оценки влияния дефектов на величину ИОС по формулам [30], которые учитывают вклад диффузной компоненты рассеяния на искажениях структуры при различных значениях статического фактора Дебая — Валлера  $L$ .

рис. 6.19 (вставка) приведена векторная диаграмма структурного фактора рефлекса 200 для длины волны  $\lambda = 0,1093$  нм, которая показывает, что его результирующая величина  $0,25F_h$  имеет мнимый характер. На этом же рисунке приведены энергетические зависимости коэффициентов Фурье поляризуемости  $\chi_{rh}$  и  $\chi_{ih}$  для КЗР 200 GaAs в указанном интервале длин волн. Дисперсионные поправки к атомным формфакторам  $f'(\omega)$  и  $f''(\omega)$  рассчитывались методом, описанным в [37]. Учет сил осцилляторов проводился по данным, взятым из работы

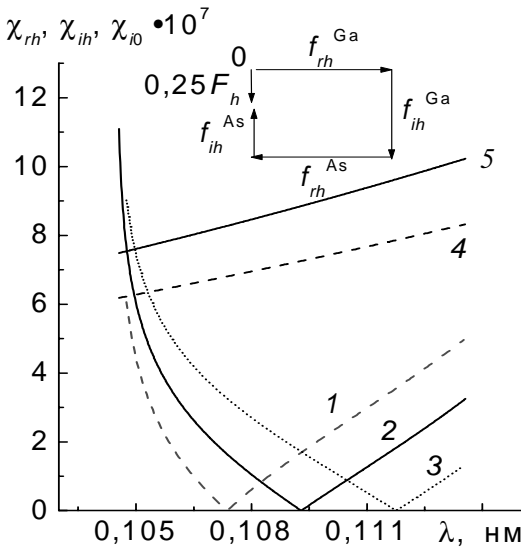


Рис. 6.19. Энергетические зависимости действительной (1 — 3) и мнимой (4) частей коэффициента Фурье поляризуемости кристалла GaAs (при разных значениях  $\Delta$ ) зависимость  $\chi_{i0}$  для рефлекса 200 (5) и векторная диаграмма (вставка) вклада действительной и мнимой частей атомных формфакторов компонент в структурный фактор КЗР 200

вблизи области длин волн, где  $\chi_{rh} = 0$ , экспериментальная ИОС  $R_i$  имеет значения, отличные от нуля, и определяется значением  $\chi_{ih}$ . Вклад  $\chi_{ih}$  в дифракцию РЛ для КЗР 200 очень значительный во всем исследуемом интервале длин волн (рис. 6.19) и лишь вблизи К-края поглощения As ( $\lambda_K^{As} = 0,1045$  нм) возрастает роль соответствующей действительной части  $\chi_h$ . Поэтому неучет в расчетах мнимой части ( $\chi_{ih} \rightarrow 0$ ), в параметрах  $b = \sqrt{2} |\chi_{ih}| / |\chi_{rh}|$  и

Экспериментальные (точки) и расчетные зависимости  $R_i$  (1 — кривая для кристалла с отклонением от стехиометрии; кривая 2 — кривая для идеального кристалла при  $\chi_{ih} = 0$ ; 3 — кривая для идеального кристалла при  $\chi_{ih} \neq 0$ ), полученные с помощью соотношения (6.37) как функции длины волны РЛ приведены на рис. 6.20. Легко видеть, что на всех кривых наблюдаются минимумы ИОС, хотя экстремум  $E$  экспериментального графика выражен более четко, чем теоретического  $T$  — (кривая 3). Как следует из рисунка,



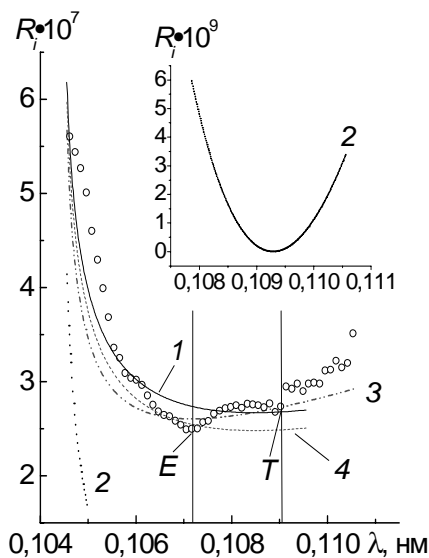


Рис. 6.20. Экспериментальная (точки) и расчетная зависимости ИОС от длины волны РЛ для образца GaAs толщиной 35 мкм, рефлекс 200

$p = |\chi_{ih}| \cdot |\chi_{rh}| / |\chi_h|^2$ , приводит к значительным расхождениям между теоретическими и экспериментальными данными для этого волнового интервала (см. рис. 6.20, кривая 2), кроме длин волн, близких к К-краю As, где возрастает роль  $\chi_{rh}$ . Этот факт свидетельствует о том, что рассеяние РЛ в точке  $\chi_{rh} = 0$  описывается лишь мнимой частью структурного фактора. Положения минимумов ИОС, как для расчетной, так и для экспериментальной зависимостей  $R_i = f(\lambda)$ , зависят, по-видимому, и от реальной ситуации с отклонением от стехиометрии в исследуемых образцах.

Для выяснения указанных различий между экспериментальным и расчетным ходом ИОС в случае идеального (стехиометрического кристалла, был осуществлен расчет влияния нестехиометрии на энергетическое положение точки  $\chi_{rh} = 0$ , а также на ход  $R_i = f(\lambda)$ . Результаты таких расчетов для действительной части структурного фактора  $F_{rh}$  приведены на рис. 6.21. Анализ данных этого рисунка показывает, что положение  $F_{rh} = 0$  является чувствительным к изменению химического состава кристалла. Действительно, расчетная зависимость (3) на рис. 6.20, с учетом возможного отклонения от стехиометрии на уровне  $C_{Ga} - C_{As} = 0,01$ , удовлетворительно описывает

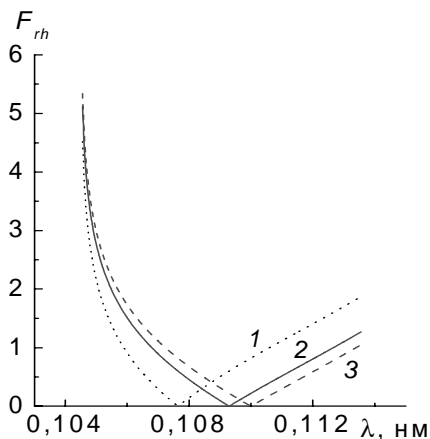


Рис. 6.21. Зависимость положения точки  $\chi_{rh}=0$  от степени отклонения состава кристалла от стехиометрического: 1 —  $C_{Ga} - C_{As} = +0,01$ ; 2 —  $C_{Ga} - C_{As} = 0$ ; 3 —  $C_{Ga} - C_{As} = -0,01$

ход экспериментальной зависимости  $R_i = f(\lambda)$  и положения ее минимума. Вариации же концентраций компонентов на уровне  $10^{17} \text{ см}^{-3}$  не приводят к заметному сдвигу энергетического положения минимума структурного фактора при данном значении ширины спектрального окна. Положение же минимума ИОС еще менее чувствительно к таким малым отклонениям состава.

Еще одним интересным моментом для исследуемого интервала длин волн является влияние структурных дефектов на ИОС. Этот вопрос актуален в связи с различием между теоретическими (даже с учетом отклонения от стехиометрии) и экспериментальными данными для области длин волн, близких к К-краю поглощения атомов As (см. рис. .20). Расчет этого влияния для различных значений статического фактора Дебая — Валлера  $L$  и коэффициента потерь энергии за счет диффузного рассеяния  $\mu_{ds}$  (экстинкции) приведен на рис. 6.22. В вычислениях параметры  $L$  и  $\mu_{ds}$  принимались независимыми от параметров рассеяния  $\lambda$  и  $\chi_h$ . Результаты показывают, что ИОС слабо чувствительна к изменению параметра  $L$ , и очень сильно зависит от коэффициента экстинкции  $\mu_{ds}$ . Этот факт можно объяснить тем обстоятельством, что уменьшение  $\chi_{\text{exp}}(-L)$  не компенсируется увеличением ИОС за счет диффузной составляющей. В отличие от нарушений стехиометрии, структурные дефекты, которые описываются па-

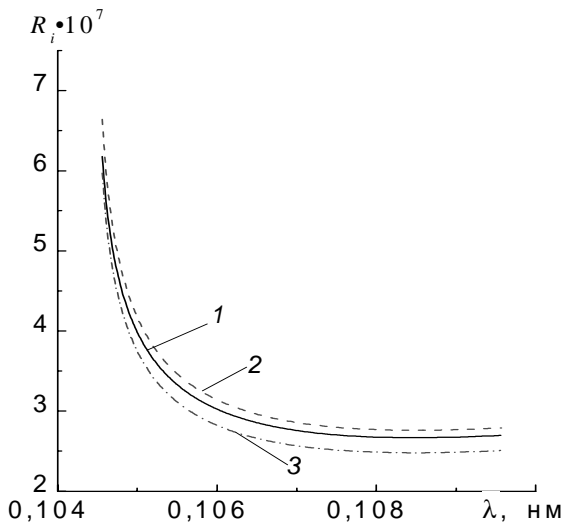


Рис. 6.22. Зависимость  $R_i = f(\lambda)$  в GaAs от параметров структурного совершенства: 1 —  $L=0$ ;  $\mu_{ds}=0$ ; 2 —  $L=0,01$ ;  $\mu_{ds}=0$ ; 3 —  $L=0,01$ ,  $\mu_{ds}=30 \text{ см}^{-1}$

раметрами  $L$  и  $\mu_{ds}$ , заметно не влияют на энергетическое положение минимума интенсивности Лауэ-дифрагированного пучка. Этот факт является определяющим при сепарировании влияния различных факторов на ИОС КЗР. Вопрос зависимости  $\mu_{ds}$  от  $\lambda$  и его влияния на ИОС КЗР в этой области длин волн изучался в [23].

### 6.6. Влияние дефектов кулоновского типа и нестехиометрии на энергетическую зависимость характеристик рентгеновской динамической дифракции Брэгга в области аномальной дисперсии

Данный параграф посвящен теоретическому и экспериментальному исследованию особенностей Брэгг-дифракции в условиях сильного поглощения и значительного вклада явлений аномальной дисперсии. Рассмотрен также случай равенства нулю действительной части структурного фактора, влияние дефектов структуры типа кулоновских деформационных центров и нестехиометрии на характер рассеяния РЛ в области К-краев поглощения GaAs с целью выяснения возможности определе-

ния этих характеристик из экспериментальных энергетических зависимостей ИОС.

Следуя обозначениям, принятым в работе [51] и в параграфе 6.5, запишем выражение для дифференциального коэффициента отражения, т.е. отношение интенсивности дифрагированной волны  $P_h$  к падающей  $P_0$  для дифракции Брэгга:

$$P_h / P_0 = k \left[ \Pi - (\Pi^2 - 1)^{1/2} \right], \quad (6.38)$$

где  $k = (1 - 2p \sin \delta) / \left[ (1 - b^2)^2 + 4p^2 \cos^2 \delta \right]^{1/2}$ , а

$$\Pi = \frac{\left[ (A^2 + B^2)^{1/2} + W^2 + g'^2 \right]}{\left[ (1 - b^2)^2 + 4p^2 \cos^2 \delta \right]^{1/2}}. \quad (6.39)$$

Структурно-чувствительные параметры  $A$  и  $B$  задаются выражениями

$$A = W^2 - 1 - g'^2 + b^2, \quad (6.40)$$

$$B = 2(g'W - p \cos \delta). \quad (6.41)$$

Вследствие наличия фактора  $2p \sin \delta$ , где  $p$  и  $\delta$  определяются с помощью (6.25) и (6.27), интенсивность отражения от различных плоскостей полярного кристалла будет различаться. Когда  $\chi_{rh} = 0$ , имеем

$$P_h / P_0 = l - (l^2 - 1)^{1/2}, \quad (6.42)$$

$$\text{где } l = \left[ (W^2 + 1 - g'^2)^2 + 4g'^2 W^2 \right]^{1/2} + W^2 + g'^2. \quad (6.43)$$

В этом частном случае интенсивность в (6.42) не зависит от полярности. На рис. 6.23 показана зависимость  $P_h / P_0$  как функция отклонения от точного брэгговского положения кристалла (кривая качания). Когда  $\chi_{rh} = 0$ ,  $g' = -1,0$  (6.30), кривая отражения имеет максимум в точном Брэгговском положении кри-

стала  $W = 0$  для случая симметричной дифракции. Эволюция кривых при изменении соотношения  $\chi_{rh}/\chi_{ih}$  показана на этом же рисунке. При увеличении этого соотношения положение пика кривой отражения смещается в сторону отрицательных значений  $W$ . Соотношение  $\chi_{rh}/\chi_{ih}$  особенно сильно меняется вблизи К-краев поглощения.

Точка на энергетической зависимости ИИ, где  $\chi_{rh} = 0$ , является чувствительной к отклонению от стехиометрии для бинарных кристаллов. Полная интегральная отражательная способность в отличие от указанной в работе [52], не принимает значения, равного нулю при  $\chi_{rh} = 0$ , а определяется выражением, аналогичным рассмотренному ранее случаю Лауэ-дифракции. Таким образом, в этой специфической точке отражение определяется только мнимой частью функции атомного рассеяния и проявляет динамический характер (маятниковые осцилляции на хвостах кривых качания). Эти рассуждения относятся к совершенному поглощающему кристаллу. Случай же кристалла с дефектами требует отдельного рассмотрения. Эта попытка была сделана в ра-

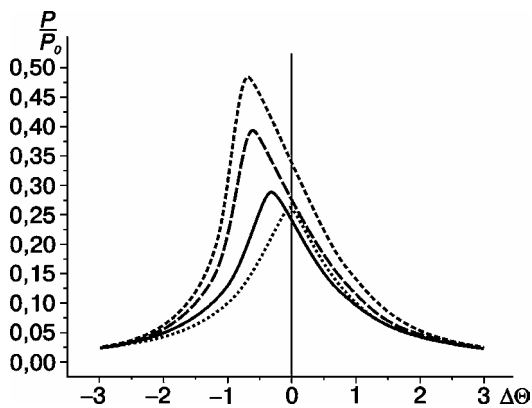


Рис. 6.23. Кривые отражения для КЗР 200 при различных соотношениях действительной и мнимой частей коэффициентов Фурье-поляризуемости

ботах [53, 54]. Рассмотрим некоторые теоретические выкладки, сделанные в этих работах.

В случае двухволновой дифракции РЛ несовершенными кристаллами, содержащими однородно распределенные ограниченные дефекты, (т.е. дефекты I рода по классификации М.А. Кривоглаза [24, 30]), амплитуды преломленной ( $D_0$ ) и дифрагиро-

ванной ( $D_h$ ) плоских волн электрической индукции, которые образуют когерентную квазиблоховскую волну в кристалле, должны удовлетворять однородную алгебраическую систему уравнений [55]:

$$\begin{aligned} (-2\varepsilon_0 + \chi_0 + \Delta\chi_{00})D_0 + (PE\chi_{\bar{h}} + \Delta\chi_{0h})D_h &= 0, \\ (PE\chi_h + \Delta\chi_{h0})D_0 + (-2\varepsilon_h + \chi_0 + \Delta\chi_{hh})D_h &= 0. \end{aligned} \quad (6.44)$$

Здесь  $\varepsilon_0 = (K_0 - K)/K$  и  $\varepsilon_h = (K_h - K)/K$  — ошибки возбуждения преломленной и дифрагированной волн с волновыми векторами, соответственно,  $\vec{K}_0$  и  $\vec{K}_h = \vec{K}_0 + \vec{h}$ ,  $\vec{h}$  — вектор обратной решетки,  $K = 2\pi/\lambda$ ,  $\lambda$  — длина волны РЛ; поляризационный множитель  $P = 1$  либо  $P = \cos 2\theta$  — соответственно для  $\sigma$  и  $\pi$  — поляризации;  $\chi_0, \chi_h, \chi_{\bar{h}}$  — компоненты Фурье комплексной поляризуемости кристалла  $\chi(\vec{r}) = \chi_r(\vec{r}) + i\chi_i(\vec{r})$ , умноженной на  $4\pi$ ,  $E = \exp(-L_h)$  — статический фактор Дебая — Валлера;  $\Delta\chi_{gg'}$  — дисперсионные поправки, учитывающие ослабление когерентных волн вследствие диффузного рассеяния ( $g, g' = 0, h$ ).

Условие решения системы (6.44) даст дисперсионное уравнение для волнового вектора  $\vec{K}_0 = \vec{K} + (\varepsilon_0/\gamma_0)\vec{n}$  ( $\vec{K}$  — волновой вектор падающей плоской волны,  $\vec{n}$  — внутренняя нормаль к входной поверхности кристалла,  $\gamma_0$  — направляющий косинус вектора  $\vec{K}_0$  относительно  $\vec{n}$ ):

$$(-2\varepsilon_0 + \chi_0 + \Delta\chi_{00})(-2\varepsilon_h + \chi_0 + \Delta\chi_{hh}) = (PE\chi_h + \Delta\chi_{h0})(PE\chi_{\bar{h}} + \Delta\chi_{0h}). \quad (6.45)$$

С учетом соотношения  $\varepsilon_h = \varepsilon_0\gamma_h/\gamma_0 + \alpha$  (где  $\gamma_h$  — направляющий косинус вектора  $\vec{K}_h$  относительно  $\vec{n}$ ,  $\alpha = \Delta\theta \sin 2\theta_B$ ,  $\Delta\theta$  — угловые отклонения вектора  $\vec{K}$  от направления, отве-

чающего условию Брэгга,  $\theta_B$  — угол Брэгга) из уравнения (6.45) при ( $\delta = 1; 2$ ) получим:

$$\varepsilon_0^\delta = \frac{1}{2}(\chi_0 + \Delta\chi_{00}^\delta) + \frac{\lambda\gamma_0}{2\Lambda} \left[ y + (-1)^\delta \sqrt{y^2 - 1} \right]. \quad (6.46)$$

Здесь использованы такие обозначения:  $b = \gamma_0 / |\gamma_h|$ ,  $y = (\alpha - \alpha_0) \sqrt{b} / \sigma$ ,  $\sigma^2 = (PE\chi_h + \Delta\chi_{h0}^\delta)(PE\chi_{\bar{h}} + \Delta\chi_{0h}^\delta)$ ,  $\alpha_0 = \chi_0(1 + b) / 2 + (\Delta\chi_{hh}^\delta + \Delta\chi_{00}^\delta / b) / 2$ ,  $\Lambda = \lambda |\gamma_h| \sqrt{b} / \sigma$ .

Когерентное волновое поле в кристалле описывается выражением

$$D(\vec{r}) = \sum_{\delta} d_{\delta}(\vec{r}),$$

$$d_{\delta}(\vec{r}) = D_0^\delta e^{-iK_0^\delta \vec{r}} + D_h^\delta e^{-iK_h^\delta \vec{r}}, \quad (6.47)$$

где  $\vec{K}_0^\delta = \vec{K} + K\Delta_\delta \vec{n}$ ,  $\vec{K}_h^\delta = \vec{K}_0^\delta + \vec{h}$ ,  $\Delta_\delta = \varepsilon_0^\delta / \gamma_0$ , а амплитуды  $D_0^\delta$  и  $D_h^\delta$  являются решениями системы (6.44), удовлетворяющими обычным граничным условиям для плоскопараллельного кристалла, и в данном случае — дифракции по Брэггу имеют вид [55]

$$D_0^\delta = (-1)^\delta E_0 B_{\delta\delta'} / (B_1 - B_2), \quad D_h^\delta = C^\delta D_0^\delta,$$

$$B_\delta = C^\delta e^{-iK\Delta_\delta t}, \quad C^\delta = \sqrt{\zeta b} \left[ y + (-1)^\delta \sqrt{y^2 - 1} \right]. \quad (6.48)$$

В выражениях (6.48) амплитуда падающей на кристалл плоской волны  $\exp(-i\vec{K}\vec{r})$ ;  $t$  — толщина кристалла;  $\zeta = (CE\chi_h + \Delta\chi_{0h}^\delta) / (CE\chi_{\bar{h}} + \Delta\chi_{h0}^\delta)$ .

Затухание когерентного волнового поля (6.47) по глубине кристалла вдоль нормали  $\vec{n}$  определяется коэффициентами поглощения

$$\mu_\delta = -2K \operatorname{Im} \Delta_\delta, \quad (6.49)$$

разными для двух волновых полей, которые являются квазиблужовскими волнами  $f_{\delta}(\vec{r})$  ( $\delta=1; 2$ ).

Рассмотрим сначала выражение для ИОС идеального поглощающего кристалла, который согласно [1] можно записать в виде

$$R_{coh} = R_{i0} \zeta P(g_0, \kappa_0, t), \quad (6.50)$$

где  $R_{i0} = (8/3) \frac{|\chi_h \chi_{\bar{h}}|^{1/2}}{\sin 2\theta}$  — ИОС идеального непоглощающего

кристалла;  $\zeta = \sqrt{\frac{1+2s_0}{1-2s_0}}$ ;  $P(g_0, \kappa_0, t) = \frac{3}{8} \int_{-\infty}^{\infty} r(g_0, \kappa_0, t, z) dz$ .

Запишем в общем случае важный для анализа параметр  $|\chi_h \chi_{\bar{h}}| = |\Psi_h|^2 (1 - \kappa_0^2 + 2ip_0)$ , где действительная часть коэффициента Фурье может принимать также нулевое значение,  $|\Psi_h|^2 = |\chi_{rh}|^2 + |\chi_{ih}|^2$ ,

$$\begin{aligned} \kappa_0 &= \sqrt{2} \frac{|\chi_{ih}|}{|\Psi_h|}, \quad p_0 = (\chi'_{rh} \chi'_{ih} + \chi''_{rh} \chi''_{ih}) / \Psi_h^2, \\ s_0 &= (\chi''_{rh} \chi'_{ih} - \chi'_{rh} \chi''_{ih}) / \Psi_h^2; \\ g_0 &= -|\chi_{i0}| \frac{\sqrt{b} + 1/\sqrt{b}}{2P\Psi_h}, \quad b = \gamma_0 / |\gamma_h|. \end{aligned} \quad (6.51)$$

Здесь  $\gamma_0$  и  $\gamma_h$  — косинусы углов, образуемых волновыми векторами падающей и рассеянной волн с внутренней нормалью к входной поверхности кристалла. Для centrosимметричного полубесконечного совершенного кристалла  $R_{coh}(\Delta\theta)$  не зависит от толщины:

$$R_{coh}(\Delta\theta) = \zeta(L - \sqrt{L^2 - 1}). \quad (6.52)$$



Здесь 
$$L = \frac{z^2 + g_0^2 + \left[ (z^2 + \kappa_0^2 - g_0^2 - 1)^2 + 4(zg_0 - p_0)^2 \right]^{1/2}}{\left[ (1 - \kappa_0^2)^2 + 4p_0^2 \right]^{1/2}}, \quad \text{а}$$

$z = \frac{\Delta\theta \sin 2\theta}{P\Psi_h} \sqrt{b}$  определяет обобщенный безразмерный параметр отклонения дифракционных условий от положения дифракционного максимума:  $y = -\frac{z + ig_0}{\sqrt{1 - \kappa_0^2 + 2ip_0}}$ ;  $\Delta\theta$  — угловое отклонение волнового вектора падающей волны от точного брэгговского направления.

В реальном кристалле, как известно, кроме когерентной составляющей  $R_{icoh}$  появляется диффузная компонента. Обобщая согласно [56, 57] приведенные выше формулы (6.51)—(6.52) на случай реального кристалла путем замены  $\Psi_h$  на  $\Psi_h \exp(-L_h)$  а также  $\chi_{i0}$  на  $(|\chi_{i0}| + \mu_{ds}/K)$ , где  $\mu_{ds}$  — коэффициент дополнительных потерь энергии за счет диффузного рассеяния на дефектах,  $K = 2\pi/\lambda$ , можно получить когерентную составляющую рассеяния в кристаллической среде с дефектами. Тогда  $g = g_0(1 + \mu_{ds}C^2/\mu_0)\exp(L_h)$ , а  $\bar{R}_{i0} = R_{i0}E$ ,  $E = \exp(-L_h)$ .

Анализ кривых отражения для когерентной составляющей показывает, что увеличение соотношения  $|\chi_{rh}|/|\chi_{ih}|$  приводит к смещению максимума углового положения дифракционных максимумов в сторону отрицательных значений параметра  $y$ . Изменение указанного соотношения ощутимо при измерениях энергетической зависимости ИОС между К-краями поглощения компонентов, где  $\chi_{rh}$  изменяется резко за счет поправок Г. Хёнля, а  $\chi_{ih}$  — в этом интервале длин волн РЛ изменяется слабо.

Диффузные волны, возникающие вследствие рассеяния сильных брэгговских волн на флуктуациях полей статических

смещений атомов в кристаллах от хаотически распределенных дефектов, также образуют в кристалле динамическое волновое поле. В случае двухволновой дифракции амплитуды плоских диффузных волн  $D_K$  и  $D_{H+K}$  удовлетворяют систему неоднородных уравнений [30, 56, 58]:

$$\begin{aligned} (-2\varepsilon_{0k} + \chi_0 + \Delta\chi'_{00})\vec{D}_k + (PE\chi_{-H} + \Delta\chi'_{0H})\vec{D}_{H+k} &= \\ &= -(\delta\chi_k D_0 + P\delta\chi_{-H+k} D_H), \\ (-2\varepsilon_{Hk} + \chi_0 + \Delta\chi'_{HH})D_{H+k} + (PE\chi_H + \Delta\chi'_{H0})D_k &= \\ &= -(P\delta\chi_{H+k} + \delta\chi_k D_H), \end{aligned} \quad (6.53)$$

где  $\varepsilon_{0k}$  и  $\varepsilon_{Hk}$  — ошибки возбуждения диффузных волн;  $\Delta\chi'_{GG}$  — дисперсионные поправки, учитывающие процессы многократного диффузного рассеяния.

Накладывая граничные условия на амплитуды волн ДР в случае дифракции Брэгга и превращая полученные амплитуды плоских волн на границе кристалла в амплитуду рассеяния и соответствующее поперечное сечение ДР [57], из системы (6.53) можно получить следующее выражение для диффузной компоненты дифференциальной отражательной способности кристалла ( $\delta = 1, 2; \vec{G} = 0, \vec{H}$ ) [59-61]:

$$R_D(\vec{k}) = \frac{\langle |f_H(K', K)|^2 \rangle}{\gamma_0 S |E_0|^2}, \quad (6.54)$$

где  $f_H(K', K)$  — амплитуда диффузного рассеяния; угловые скобки обозначают усреднение по распределению дефектов  $S$  — площадь входной поверхности кристалла, освещаемая РЛ. Выражение (6.54) может быть упрощено, когда справедливо приближение полубесконечного кристалла. В этом случае в кристалле сохраняется только одна блоховская составляющая в

волновых полях как сильных брэгговских, так и диффузно рассеянных волн. Тогда из (6.54) следует, что

$$R_{DS}(\vec{k}) = \frac{1}{\gamma_0 S} \left( \frac{PVK^2}{4\pi} \right) F_{dyn} S(\vec{q}), \quad (6.55)$$

$$S(\vec{q}) = \left\langle \left| \delta\chi_{H+q} \right|^2 \right\rangle,$$

$$F_{dyn} = 1 + \left( \zeta' \right)^2 b R_{coh} + 2 \operatorname{Re}(\zeta' c^{(\delta)}), \quad (6.56)$$

$$\vec{q} = \vec{k} + i\mu_i \vec{n}, \quad \mu_i = K \operatorname{Im}(\Delta'_\tau - \Delta_\delta).$$

Здесь вектор  $\vec{k} = \vec{K}' - \vec{K} - \vec{H}$  представляет собой отклонение конца волнового вектора диффузно рассеянной волны в вакууме  $\vec{K}'$  ( $\vec{K}' = \vec{K}$ ) от ближайшего узла обратной решетки. Экстинкционный фактор  $F_{dyn}$  описывает модуляцию диффузно рассеянной интенсивности, которая вызвана экстинкцией сильных брэгговских волн.

Интегрируя выражение (6.55) по всей сфере Эвальда ( $K' = K$ ), около точки  $H$  обратной решетки, получим интегральную диффузную компоненту, измеренную на ДКС с широко открытым окном детектора [62, 63]:

$$R_{diff}(\Delta\theta) = \int_{K'=K} R_{DS}(k) dS_{K'} / K^2 = F_{dyn}(\Delta\theta) \mu_{00}^\delta(\Delta\theta) t / \gamma_0, \quad (6.57)$$

$$\mu_{00}^\delta(\Delta\theta) = \frac{P^2 V}{4\lambda^2} \int dS_{K'} S(\vec{q}), \quad (6.58)$$

где  $dS_{K'} = K^2 d\Omega_{K'}$  — элемент площади поверхности в обратном пространстве.

Для малых концентраций ( $c \ll 1$ ) произвольно распределенных ограниченных дефектов со средним радиусом  $R_0$  Фурье-компонента флуктуаций поляризуемости кристалла может быть

представлена в области  $q \ll k_m = 2\pi/R_0$  приблизительно как  $\delta\chi_{H+q} \approx iE\chi_H(HU_q)c_q$  [24], где  $U_q$  — Фурье-компонента поля смещений от единичного дефекта;  $c_q = N^{-1} \sum (c_s - c) \exp(iqR_s^0)$  — Фурье-компонента флуктуаций концентрации дефектов;  $N = V/v_C$ ,  $v_C$  — объем элементарной ячейки;  $c_s$  равно 0 либо 1 (числа заполнения узлов  $R_s$  кристаллической решетки)  $c = \langle c_s \rangle$  — концентрация дефектов;  $R_s^0 = \langle R_s \rangle$ . После усреднения по случайному распределению дефектов получим

$$\left\langle |\delta\chi_{H+q}|^2 \right\rangle \approx c v_C V^{-1} |\chi_H|^2 |HU_q|^2 [1 - \exp(-2\mu t)] / (2\mu t). \quad (6.59)$$

Для двух типов микродефектов, а именно сферически-симметричных кластеров и случайно ориентированных дислокационных петель, функция  $F(q) = |H_0 U_q|^2$  в (6.59), где  $\bar{H}_0 = \bar{H} / H$ , может быть представлена в виде [30]

$$F(q) = \left[ B_1 + B_2 (\bar{H}_0 \bar{q} / q)^2 \right] / q^2. \quad (6.60)$$

Диффузная компонента коэффициента отражения кристалла с однородно распределенными дефектами, проинтегрированная по углам выхода, может быть представлена в виде [64]

$$R_D(\Delta\vartheta) = F_{din}(\Delta\vartheta) \frac{\mu_{ds}(k_0)\gamma_0}{2\mu_i(\Delta\vartheta)}, \quad (6.61)$$

где  $\mu_{ds}(k_0) = nP^2 E^2 m_0 J_0(k_0)$ ,  $m_0 = \pi a^3 (H |\Psi_h| / \lambda)^2 / 4$ ,

$$J_0(k_0) = b_2 \ln \frac{e(k_m^2 + \mu_i^2)}{k_0^2 + \mu_i^2} + b_3 \left( \frac{k_0^2}{2k_m^2} - 1 \right), \quad \text{при } |k_0| \leq k_m$$

$$J_0(k_0) = \left( b_2 - \frac{1}{2} b_3 \right) \frac{k_m^2}{k_0^2}, \quad \text{при } |k_0| \geq k_m. \quad (6.62)$$

Здесь  $\vec{H}$  — вектор обратной решетки,  $n$  — концентрация кулоновских дефектов;  $R_0$  — их радиус;  $e$  — основа натурального логарифма;  $k_0 = K\Delta\theta \sin(2\theta)$ ;  $k_m = 2\pi/R_0$  — волновые векторы. Параметры рассеяния  $b_2 = B_1 + B_2 \cos^2(\theta/2)$ ,  $b_3 = B_2 \cos^2 \theta(1 - 2tg^2\theta)/2$  для модели сферических кластеров зависят от их деформационных характеристик  $B_1 = 0$ ,  $B_2 = (4\pi A_{cl}/a^3)^2$ ,  $A_{cl} = \Gamma\epsilon R_0^3$ ,

$\Gamma = (1 + \nu)/[3(1 - \nu)]$ ,  $\epsilon$  — параметр деформации,  $\nu$  — коэффициент Пуассона.

Полученное выражение для диффузной компоненты кривой отражения содержит множители, описывающие характерное распределение интенсивности с экстинкционным провалом в области полного внешнего отражения  $|y| \leq 1$  для структурного рефлекса 400, и его отсутствие для КЗР 200 (рис. 6.24) в области длин волн  $\lambda_K^{As} \leq \lambda \leq \lambda_K^{Ga}$ . Такое различие в поведении углового распределения диффузного рассеяния для этих рефлексов объясняется ходом интерференционного коэффициента поглощения

$$\mu_i \rightarrow \mu = \frac{\mu_0}{2\gamma_0} \left(1 + b\right) / 2 \left(1 + \frac{r}{|g|}\right),$$

который возрастает в области

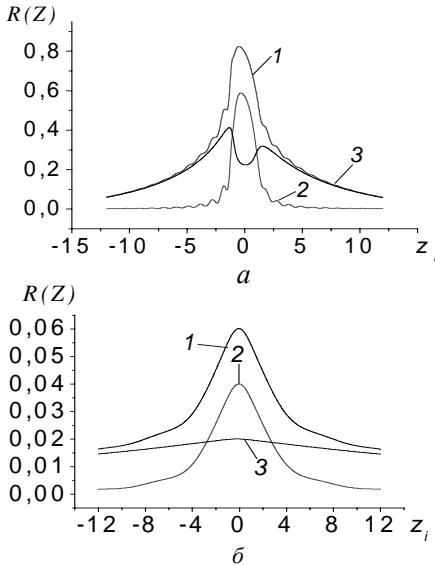


Рис.6.24. Угловое распределение коэффициента отражения РЛ (1) и его составляющих — когерентной (2) и диффузной (3) для рефлексов 400 (а) и 200 (б) — при значениях параметров кластеров:  $R_0 = 1$  мкм,  $n = 3 \cdot 10^9$  см $^{-3}$  и длине волны РЛ  $\lambda = 0,1095$  нм

$|y| \leq 1$  до значения  $\mu_i = \pi / \Lambda$  (рис. 6.25). Поскольку  $\Lambda_{200} \geq \Lambda_{400}$ , а  $t_a \approx \Lambda_{200}$ , то экстинкционный провал для КЗР отсутствует.

Здесь использованы такие обозначения:  $r = \sqrt{\frac{1}{2}(\sqrt{u^2 + v^2} - u)}$ ,

$$u = z^2 - g_0^2 + \kappa_0^2 - 1, \quad v = 2 \cdot (z \cdot g_0 - p_0).$$

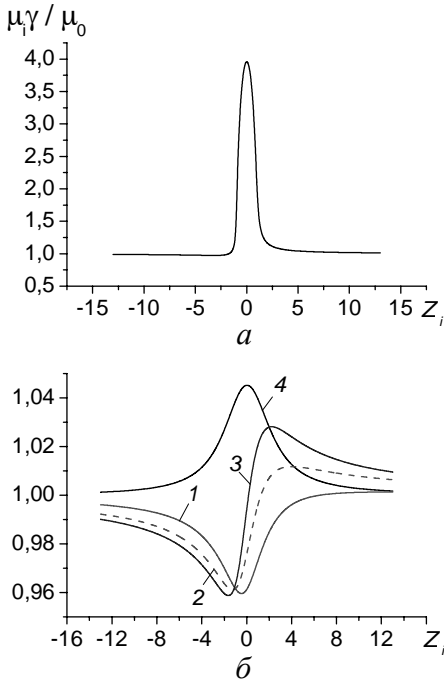


Рис.6.25. Угловая зависимость интерференционного коэффициента поглощения в GaAs для рефлексов 400 (а) и 200 (б): 1— $\lambda=0,1095$  нм, 2— $\lambda=0,1169$  нм, 3— $\lambda=0,1056$  нм, 4— $\text{CuK}\alpha$

Интегральная отражательная способность когерентной и диффузной составляющих определялась путем интегрирования по угловой переменной  $y \sim \Delta\theta$ . Таким образом, приведенные выше формулы (6.52)—(6.53) позволяют количественно описывать поведение ПИОС в широкой угловой области для кулоновских дефектов произвольных размеров и концентраций. Выражение для ИОС запишется в виде суммы когерентной и диффузной составляющих:

$$R_i = R_{coh} + R_{iD}. \quad (6.63)$$

В отличие от аналогичных выражений для ИОС, приведенных в работах [65—68], они позволяют рассчитать  $R_i$  для реального кристалла и в случае, когда  $\chi_{rh} = 0$ . Энергетические зависимости  $R_i(\lambda)$  рассчитывались по формулам (6.63) с уче-

том (6.52) и (6.61), а также с учетом связи параметров рассеяния с длиной волны и дисперсионными поправками.

Энергетические зависимости ИОС в области аномальной дисперсии для длин волн между К-краями поглощения GaAs были получены с помощью однокристалльного спектрометра ( $\theta$ — $2\theta$  сканирование). Учитывая распределение интенсивности

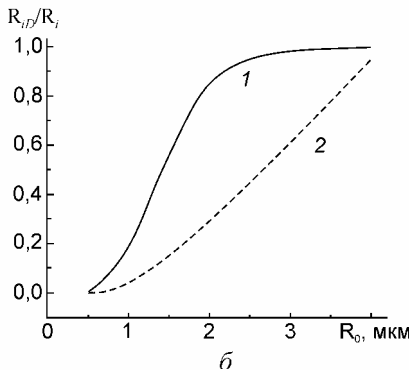
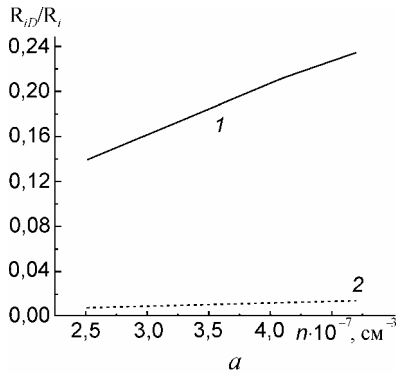


Рис.6.26. Зависимость относительного вклада диффузной составляющей в полную ИОС от концентрации ( $n=2,5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-3}$ ) (а) и размеров ( $R_0=1 \text{ мкм}$ ) (б) кластеров в кристаллах GaAs: 1 — рефлекс 400, 2 — рефлекс 200

в падающем пучке в зависимости от расходимости  $\Delta\theta$  и ширины спектрального окна  $\Delta\lambda$  излучения непрерывного спектра, можно записать выражение для ИОС в этом случае:

$$R_i = P_i / P_0, \quad (6.64)$$

где

$$P_i = \int_{\lambda_{\min}}^{\lambda_{\max}} d\lambda I(\lambda) \int_{-\Delta\theta}^{\Delta\theta} d(\Delta\theta) R_{coh}(\Delta\theta),$$

$$P_0 = \int_{\lambda_{\min}}^{\lambda_{\max}} d\lambda I(\lambda),$$

$$\lambda_{\min} = \lambda_0 - \frac{\Delta\lambda}{2}, \quad \lambda_{\max} = \lambda_0 + \frac{\Delta\lambda}{2},$$

$$-\Delta\vartheta = \vartheta_B - \frac{\Delta\vartheta}{2}, \quad \Delta\vartheta = \vartheta_B + \frac{\Delta\vartheta}{2}.$$

Исследуемые кристаллы GaAs с ориентацией поверхности (001) имели плотность дислокаций порядка  $10^4 \text{ см}^{-2}$ , а также микродефекты (преципитаты). W-образное распределение дислокаций в кристаллах обеспечивало неоднородное распределение собст-

венных компонентов (нестехиометрия), а также легирующих примесей [69].

С целью выяснения чувствительности ИОС для разных порядков отражения к дефектам структуры проводились расчеты влияния относительного вклада  $R_D$  в полную ИОС от концентрации  $n$  (рис. 6.26, *а*) и размеров  $R_0$  (рис.6.26, *б*) кулоновских центров для фиксированных длин волн. Из анализа этих зависимостей следует, что ИОС структурного рефлекса 400 является более чувствительной к дефектам, чем КЗР 200. Изменение когерентной составляющей ИОС в реальном кристалле учитывалось с помощью статического фактора  $L_h$ , который записывается в виде [24, 70]

$$L_h = \frac{1}{2} \cdot c \cdot n \cdot \eta^2, \text{ при } \eta^2 \leq 10, \\ L_h = c \cdot n \cdot \eta^{3/2}, \text{ при } \eta^2 \geq 10, \quad (6.65)$$

где  $\eta = \Gamma |\varepsilon| R_0 H$ . Стремление к единице зависимости  $R_{iD} / R_i = f(R_0)$  при больших значениях размеров дефектов ( $R_0 \geq 2$  мкм) для рефлекса 400 вызвано тем обстоятельством, что статический фактор в этом случае резко возрастает. Для КЗР 200 это происходит при больших значениях размеров дефектов.

Экстинкционные эффекты учитывались параметром  $\mu_{ds}(\Delta\theta)$ , определяемым формулой (6.61). Незначительный вклад  $R_{iD}$  в полную ИОС для КЗР 200 дает основания считать, что структурные дефекты не окажут значительного влияния на положения минимумов энергетических зависимостей  $R_i = f(\lambda)$  в кристаллах с различной степенью отклонения от стехиометрии (рис. 6.27). Энергетические зависимости относительного вклада  $R_{iD}$  в  $R_i$  для рефлексов 400 и 200 в случае  $R_0=1$  мкм,  $n=2,5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-3}$  показаны на рис. 6.28. Поведение этих функций свидетельствует о том, что вклад диффузной компоненты в



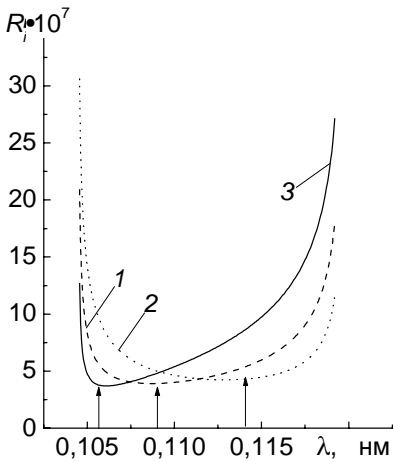


Рис. 6.27. Энергетические зависимости когерентной компоненты ИОС для КЗР 200 GaAs, рассчитанные для кристаллов: 1— стехиометрического состава; 2 — с избытком Ga ( $C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}} = 0,05$ ); 3 — с избытком As ( $C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}} = -0,05$ )

согласно [73, 74] для граничного значения достаточно, чтобы  $A \geq 3$ . В нашем случае для КЗР 200 его значение изменяется в пределах  $2 \div 5$ , т.е.  $t > \Lambda$ . Диффузная компонента ИОС формируется в данном случае всей глубиной проникновения РЛ и ее интенсивность пропорциональна  $t/\Lambda$ . Поэтому, очевидно, что ее вклад в ИОС для случая сильного поглощения и слабых интерференций является незначительным. Это свидетельствует о том, что дефекты структуры приводят к уменьшению когерентной составляющей, которая не может быть скомпенсирована вкладом  $R_{iD}$ . Поэтому значения  $R_i$  для реального кристалла могут быть меньшими, чем для идеального кристалла. Сказанное вы-

ИОС для рефлекса 200 значительно меньший, чем для рефлекса 400 во всем исследуемом интервале длин волн. Оценки влияния этого вклада на положения минимумов  $R_i = f(\lambda)$  показывают, что ими иногда можно пренебречь [71, 72] при определении отклонения от стехиометрии на уровне примерно  $10^{-5}$ .

Таким образом, проведенные расчеты показывают, что использование второго приближения Борна в задаче рассеяния (т.е. ДРРЛ) для описания поведения ИОС для КЗР 200 в кристаллах с дефектами имеет под собой реальные основания. Вообще говоря, это приближение согласно [1] можно использовать, когда динамический параметр  $A = \pi t/\Lambda$  является достаточно большим. Согласно

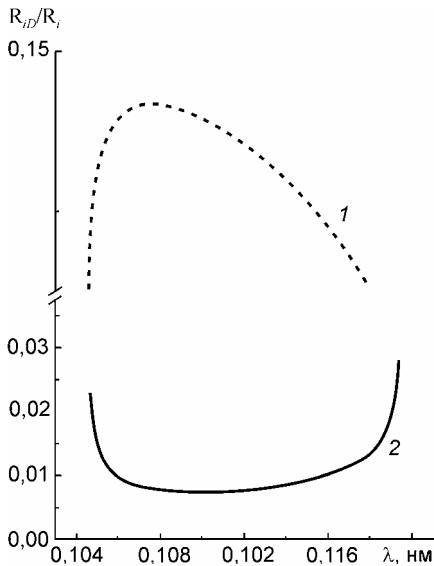


Рис. 6.28. Энергетические зависимости относительного вклада  $R_{iD}$  в ИОС для рефлексов 400 (1) и 200 (2) в GaAs ( $n = 2,5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-3}$ ,  $R_0 = 1 \text{ мкм}$ )

дефектов  $n$  и  $R_0$ , полученных при подгонке теоретических кривых для рефлекса 400, более чувствительного к дефектам структуры. Эти данные, а также полученные при подгонке значений статических факторов  $L_n$  и параметров дефектов для структурного рефлекса 400 и КЗР 200, приведены в табл. 6.4. Отметим, что результаты определения параметров нестехиометричности кристаллов GaAs данным способом хорошо коррелируют с данными, полученными ранее методом маятниковых осцилляций интенсивности КЗР [40]. Значения параметров дефектов, полученных данным способом подгонки теоретических зависимостей  $R_i = f(\lambda)$ , также хорошо коррелируют с ре-

ше, иллюстрируется на рис. 6.29 (кривые 1—5) экспериментальными энергетическими зависимостями ИОС (точки) для рефлексов 200 и 400 (кривая б) в образцах GaAs с разной степенью структурного совершенства. Здесь же приведены зависимости для идеального кристалла, а также подгоночные расчетные зависимости для реальных образцов. Как следует из рисунка, экспериментальные данные хорошо согласуются с подгоночными как для КЗР 200, так и для разрешенного рефлекса 400. Определение параметра нестехиометрии из энергетических зависимостей для КЗР 200 осуществлялось при использовании значений параметров

зультатами, которые получены методом анализа двукристалльных кривых отражения (Cu K $\alpha$ -излучение, рефлекс 400).

**Таблица 6.4**

*Характеристики дефектов и параметры нестехиометрии для различных образцов GaAs. Номера кристаллов соответствуют приведенным на рис. 6.29 кривым*

Номер образца	Рефлекс 400			Рефлекс 200			
	L	R <sub>0,МКМ</sub>	n <sub>0</sub> ×10 <sup>-8</sup> , см <sup>-3</sup>	L	R <sub>0,МКМ</sub>	n <sub>0</sub> ×10 <sup>-9</sup> , см <sup>-3</sup>	Δ=C <sub>Ga</sub> - C <sub>As</sub>
2	0,14(3)	1,0(1)	5(1)	0,035(3)	4,0(3)	6(1)	+0,0012
4	0,22(5)	0,57(5)	200(10)	0,075(5)	0,7(1)	29(3)	-0,0037
5	0,029(3)	0,20(2)	3000(30)	0,005(1)	0,31(5)	2800(80)	-0,0003

$$\text{Фактор } R = 100 \left\{ \frac{\left[ \sum_{i=1}^N (R_i^{\text{эксп}} - R_{i0}) / \sigma_i^{\text{эксп}} \right]^2}{\sum_{i=1}^N (R_i^{\text{эксп}} / \sigma_i^{\text{эксп}})^2} \right\},$$

изменяется от 2,8% (образец 3) до 13% (образец 4).

Наконец рассмотрим характер поведения энергетической зависимости  $R_i(\lambda)$  для образца с механически поврежденной (шлифованной) поверхностью (зависимость 3 на рис.6.29, а). Кривая отражения от нарушенного слоя (НС) имеет широкий угловой диапазон и при данном спектральном окне прибора не все рассеянное излучение попадает в детектор. Кроме того НС приводит к сильному подавлению когерентной составляющей от неискаженной части кристалла. Ход этой зависимости описывается кинематическим приближением с учетом толщины НС и поглощения в нем интенсивности падающего на кристалл пучка РЛ. Следует отметить, что такая опасность (неполного учета  $R_{iD}$ ) существует и для образцов, содержащих мелкие дефекты с широким угловым распределением интенсивности ДР, интегральный вклад которого в ИОС может быть определяющим. Однако, как показано выше, это ни коим образом не мо-

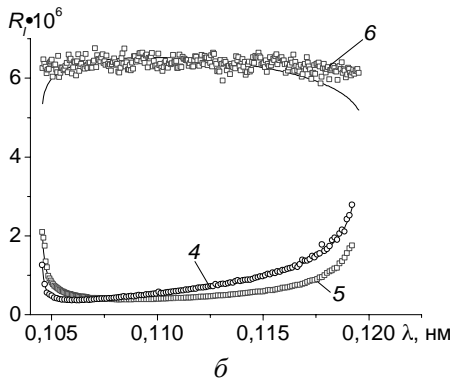
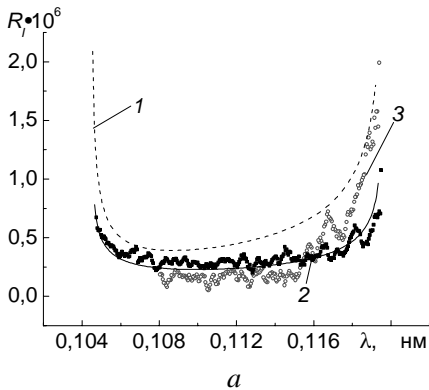


Рис. 6.29. Энергетические зависимости  $R_i = f(\lambda)$  для кристаллов GaAs: 1 — расчетная для идеального стехиометрического кристалла; 2,4,5 — экспериментальные зависимости для полированных образцов; 3 — образец с механически поврежденной поверхностью (1 ÷ 5 — рефлекс 200, 6 — рефлекс 400)

формулы динамической теории брэгговской дифракции для реального кристалла справедливы и в случае сильного поглощения при

жет влиять на определение параметра нестехиометричности по положению минимумов энергетических зависимостей.

В то же время расширение в эксперименте величины спектрального окна, что приводит к более полному учету ДР, нежелательно с точки зрения ухудшения точности определения энергетического положения минимума ИОС. Поэтому необходим оптимальный выбор ширины щелей коллиматора для удовлетворения обоих требований, что требует специального исследования.

Таким образом, в данном параграфе описаны выражения для диффузной и когерентной составляющих дифференциальной и интегральной отражательной способности при дифракции Брэгга в кристаллах с кулоновскими центрами в условиях сильного поглощения и влияния аномальной дисперсии. При этом показано, что

выполнении условий  $|\chi_{ih}| \gg |\chi_{rh}|$ , включая случай  $|\chi_{rh}| = 0$ . Экспериментальная реализация данного условия для длин волн, локализованных в области аномальной дисперсии (вблизи К-краев поглощения), позволила при совместном измерении для рефлексов 400 и 200 определять параметры нестехиометричности кристаллов GaAs (гл.8).

## **6.7. Обсуждение основных результатов определения структурных и химических характеристик бинарных кристаллов**

В данной главе обсуждены результаты одновременного определения параметров дефектной структуры (факторов рассеяния  $L$  и  $\mu_{ds}$ ), а также величины отклонения химического состава бинарных кристаллов от стехиометрического  $\Delta$ , которые нам удалось получить впервые благодаря изучению динамического рассеяния РЛ для квазизапрещенных отражений в области аномальной дисперсии РЛ. Другие исследователи использовали для интерпретации своих экспериментальных результатов первое приближение Борна. Так, в весьма интересных работах Айса с сотрудниками [75, 76], выполненных на монокристаллах металлических твердых растворов ( $\text{Fe}_{22,5}\text{Ni}_{77,5}$  и  $\text{Fe}_{0,53}\text{Cr}_{0,47}$ ) изучалось диффузное рассеяние для сверхструктурных отражений синхротронного излучения с тремя фиксированными длинами волн в области К-краев поглощения указанных элементов. Авторы, использовали эффект варьирования “рентгеновского контраста” рассеяния атомами двух сортов для длин волн, расположенных ниже краев поглощения, а также в точке, где  $f_A = f_B$ , впервые в кинематическом приближении наблюдалось изменение в картинах диффузного рассеяния при изменении знака разности  $f_A - f_B$ . Это дало возможность выделить из экспериментальных картин вклад сильного термодиффузного рассеяния и определить, в

конечном счете, параметры коэффициентов ближнего упорядочения сплавов, а также статические смещения ближайших атомов в парах Ni—Ni, Ni—Fe и Fe—Fe, что крайне важно для понимания физических и химических свойств сплавов.

Обзор основных результатов одновременного исследования структурных ( $L$ ,  $\mu_{ds}$ ) и композиционных характеристик реальных бинарных кристаллов дан в [77].

## Глава 7

# Рентгеновская флуоресценция и дифракция в условиях аномальной дисперсии

Хорошо известно, что в условиях дифракции падающего излучения в кристалле образуются стоячие (блеховские) волновые поля, которые меняют свою амплитуду и фазу при варьировании отклонения углового положения образца от точного брэгговского. Вследствие смещения стоячих волн относительно кристаллической решетки при покачивании кристалла изменяется интенсивность флуоресцентного выхода от атомов, из которых построена эта решетка. Флуоресценция сопровождает все измерения интенсивностей дифракционных максимумов для длин волн тормозного спектра в области аномальной дисперсии. Учет и анализ характера выхода указанного вторичного процесса от длины волны падающего излучения и углового положения кристалла является современным эффективным методом анализа поверхностной структуры кристаллических тел. Интересные явления при изучении флуоресцентного излучения наблюдаются в указанной области длин волн и при анализе квазизапрещенных отражений в бинарных кристаллах. Краткому обсуждению этих вопросов и посвящена данная глава.

### **7.1. Краткое изложение теории вторичных процессов при дифракции рентгеновских лучей в области аномальной дисперсии**

Взаимодействие излучений произвольной природы (рентгеновские и гамма лучи, электроны, нейтроны, протоны) с веществом сопровождается целым рядом вторичных процессов, при которых образуются как кванты с уменьшенной энергией, так и частицы (ком-

птоновские электроны, фотоэлектроны). Существенной особенностью наблюдения этих процессов в кристаллах является возможность их регистрации в условиях дифракции как падающего на кристалл излучения, так и вторичных излучений.

Известно, что при динамической дифракции рентгеновского излучения в достаточно совершенных кристаллах образуется единое когерентное волновое поле [1-4]. Амплитудно-фазовая структура этой стоячей волны, т.е. распределение узлов и пучностей поля относительно атомов решетки зависит от угла падения излучения на кристалл. Поскольку интенсивность вторичных процессов определяется локальным значением амплитуды волнового поля на электронных оболочках, то угловая зависимость кривой выхода вторичных излучений является структурно-чувствительной [5-7].

Наряду с этими процессами возможна также дифракция и самого вторичного излучения, приводящая к появлению единого поля, определяющего протекание таких процессов как линии Косселя (рентгеновские лучи) и Кикучи (электроны) [8,9].

Основное отличие уравнений Максвелла, описывающих процессы в рамках нелинейной электродинамики, от традиционных уравнений динамической теории заключается в учете нелинейного тока  $J$  в правой его части:

$$\nabla \nabla E(r, t) + \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} D(r, t) = -\frac{4\pi}{c^2} \frac{\partial}{\partial t} J(r, t). \quad (7.1)$$

Этот ток описывает распределенные по кристаллу источники вторичных излучений (комптоновское и термодиффузное рассеяние, флуоресценция).

Рассмотрение дифракции РЛ в случае брэгговской дифракции показывает, что в результате когерентной суперпозиции падающей и отраженной волн в кристалле, а также над его поверхностью в области пересечения пучков образуется стоячая рентгеновская волна. Ее структура, т.е. положение узлов (минимумов интенсивности) и пучностей (максимумов интенсивности) по отношению к отражающим плоскостям зависит от угла падения рентгеновского излучения



вблизи области полного отражения. Интенсивность полного поля в толстом кристалле определяется выражением

$$I(\Delta\theta, z) = |E_0|^2 \left[ 1 + b|R|^2 + 2P\sqrt{b}|R|\cos(\varphi + \vec{h}\vec{r}) \right] \exp(-\mu_i z), \quad (7.2)$$

где  $\varphi$  — фаза амплитудного коэффициента отражения;  $R = |R|\exp(i\varphi)$ ;  $\mu_i(y)$  — суммарный интерференционный коэффициент поглощения, описывающий как фотоэлектрическое поглощение, так и экстинкционное затухание. Примечательной особенностью (7.2), определяющей интерес экспериментаторов ко вторичным процессам, является зависимость интенсивности волнового поля от фазы отражения  $\varphi$ . Структура стоячей рентгеновской волны вблизи поверхности кристалла в слое  $z \leq \mu_i^{-1}$  в случае симметричной брэгговской дифракции,  $b = 1$ , для поляризованного излучения может быть представлена формулой

$$I(y, z) = |E_0|^2 \left[ 1 + |R|^2 + 2|R|\cos(\varphi + hz) \right]. \quad (7.3)$$

Здесь и в (7.2)  $|E_0|^2$  — интенсивность падающей волны. В области полного отражения модуль коэффициента отражения постоянен и равен единице, в то время как фаза  $\varphi$  линейно меняется от значения  $\pi$  на левом краю кривой отражения ( $y = -1$ ,  $R = -1$ ) до нуля на правом краю ( $y = 1$ ,  $R = 1$ ). Согласно (7.3) интенсивность стоячей рентгеновской волны постоянна в плоскости  $z = \text{const}$  и является периодической функцией в направлении вектора обратной решетки, причем ее период либо равен межплоскостному расстоянию для рассматриваемой системы отражающих плоскостей кристалла, либо в целое число раз меньше этого расстояния. При вращении кристалла в области полного дифракционного отражения стоячая рентгеновская волна перемещается, как целое, от положения, когда на отражающих плоскостях лежат узлы поля, до положения, когда на

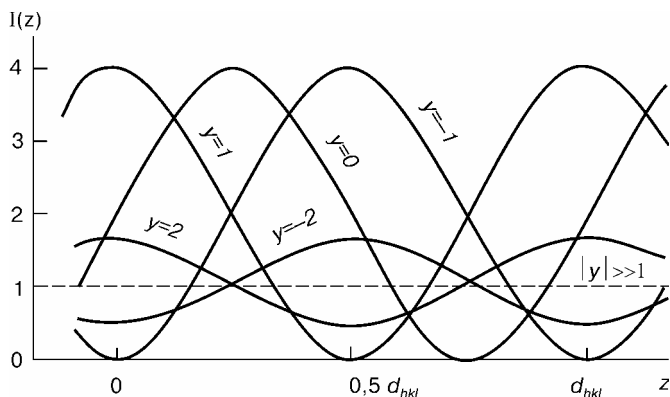


Рис.7.1. Локализация пучностей и узлов волнового поля в кристалле по отношению к атомным плоскостям при различных угловых отклонениях от точного брэгговского положения кристалла ( $y = 0$ )

отражающих плоскостях лежат пучности поля. На рис.7.1 изображены угловые зависимости интенсивности волнового поля на атомных плоскостях вблизи поверхности кристалла. Поглощение в кристалле приводит к тому, что коэффициент отражения в максимуме не достигает единицы, а интенсивность  $I(z)$  при  $y = -1$  не достигает нуля.

## 7.2. Стоячие рентгеновские волны при высоких уровнях поглощения и выход флуоресценции

В бинарных кристаллах с высоким уровнем поглощения (вблизи К-краев, в области длин волн, где  $F_{rh} = 0$  (гл. 6)) многие важные динамические характеристики (показатель поглощения РЛ, волновые векторы, диэлектрическая постоянная) являются комплексными величинами. В гл. 3 уже упоминалась эволюция формы дисперсионной поверхности, которая при больших значениях  $F_{ih}$  ( $F_{ih} > F_{rh}$ ) име-

ет мнимые элементы (эллипсы и другие кривые). А. Отье [10], а также ряд других авторов [11,12], анализируя известную фазовую проблему определения  $\beta_H$  ( $F_H = |F_H| \exp(i\beta_H)$ ), показали, что динамическое волновое поле  $R$ , образующееся в кристалле при дифракции РЛ (7.2), фаза которого  $\varphi$ , дает возможность определить фазу структурного фактора  $\beta_H$ . Предложенная авторами работы [11] процедура этого определения состоит в подгонке к экспериментальным значениям выхода флуоресценции рассчитанных значений  $Y$  по формуле

$$Y \approx \left[ 1 + |R|^2 + 2f_c P |R| \cos (\varphi + \Delta\beta_H - 2\pi\Phi_c) \right] Z(\theta), \quad (7.4)$$

где  $Z(\theta)$  — эффективная глубина выхода вторичных фотонов;  $f_c$  — когерентная фракция атомов, соответствующая измеренным величинам  $\beta_H^{\text{exp}}$  ( для отражения 111  $f_c$  лежит в интервале  $0.95 \div 0.99$ );  $P$  — поляризационный фактор,  $\Delta\beta_H$  — небольшая разница между измеренным значением  $\beta_H^{\text{exp}}$  и тем, которое используется при расчете фазы  $\varphi$  стоячего волнового поля. Таким образом, установление положений пучностей волнового поля по отношению к началу координат решетки (т.е. положению определенного сорта атома) дает возможность определить фазу структурного фактора  $\beta_H$ . Положение же пучностей поля может быть легко выявлено с помощью регистрации флуоресценции или вторичных электронов, интенсивность выхода которых в дипольном приближении пропорциональна интенсивности поля в месте расположения атома, флуоресцирующего [11] или эмиттирующего фотоэлектроны [12].

Авторы работы [11] установили, что в поглощающем кристалле фаза стоячего волнового поля, (т.е. положение узлов и пучностей), которая согласно формуле (2.48) гл. 2 зависит от действительных и мнимых поправок Г. Хёнля к  $f_0$ , не является постоянной, а изменяется внутри области полного отражения. Положения узлов смещаются внутри кристалла, если он пово-

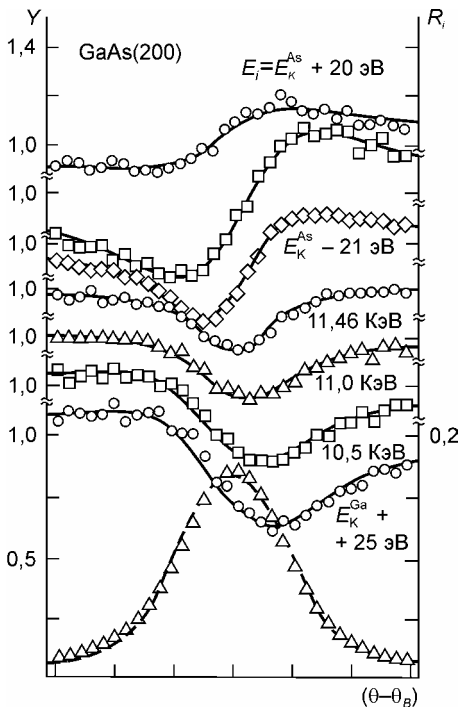


Рис.7.2. Отражательная способность  $R_i$  и выход  $\text{GaK}_\alpha$  флуоресценции  $Y$  для различных энергий синхротронного излучения как функция угла отклонения  $\theta - \theta_B$  в микроградусах

правок Г. Хёня для этой длины волны. Здесь же, как видно из рис. 7.2, наблюдается минимум выхода флуоресценции, соответствующего точному углу  $\theta_{200}$ .

Для длины волны синхротронного излучения, отвечающей энергии  $E = E_K^{\text{As}} - 6\text{эВ}$  (отражение 111)  $\text{GaAs}$  фаза  $\beta_{111}^{\text{эксп}}$  оказалась равной  $2\pi (-0,93 \div 0,002)$ . В случае же квазизапрещенного отра-

рачивается, в сторону больших значений углов падения. Таким образом, фаза стоячей волны зависит от процессов поглощения, и ее положение изменяется по отношению к ее расположению в непоглощающем случае. Эксперименты, выполненные М.И. Бедзиком и Г. Матерликом [11] с помощью синхротронного излучения, иллюстрируют смещение минимума  $\text{GaK}_\alpha$  флуоресценции с ростом энергии излучения от  $E_K^{\text{Ga}} + 25\text{эВ}$  до  $E_K^{\text{As}} - 1,5\text{эВ}$  в сторону отрицательных углов ( $\theta - \theta_B < 0$ ) при качании кристалла  $\text{GaAs}$  вокруг отражения 200 брэгговского максимума (рис.7.2).

Для энергии  $E = 11,0\text{кэВ}$  отражательная способность кристалла имеет минимум, поскольку  $F_{rh}(200) = 0$  вследствие влияния по-

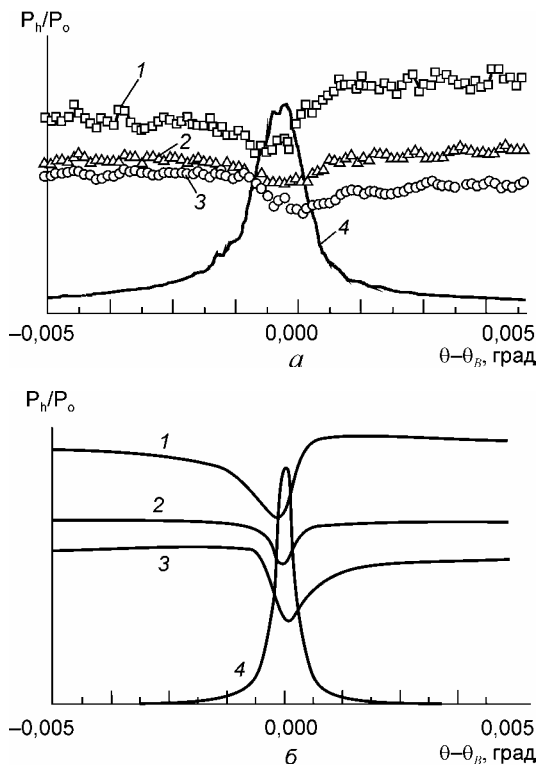


Рис. 7.3. Экспериментальные (а) и теоретические (б) зависимости выхода флуоресценции 1, 2, 3 (точки) и дифференциальная отражающая способность  $P_h/P_0$  (кривая 4) как функции поворота кристалл для различных длин волн (энергий) РЛ [13]

энергии  $E = 11,805$  кэВ (кривая 2) указанный минимум располагался уже справа от точного брэгговского положения. Концепция разного вклада двух волновых полей во флуоресценцию получила подтверждение при соответствующих расчетах

жения 200 при использовании излучения с энергией  $E_K^{Ga} + 25$  эВ (нижняя кривая на рис. 7.2) фаза  $\beta_{200} \cong 0,8\pi$ .

Если при брэгговском отражении РЛ смещения минимумов кривой флуоресценции связывались с положениями узлов стоячего волнового поля, то в геометрии Лауэ-дифракции от тонкого образца GaAs авторы работы [13] считали, что асимметрия в кривой выхода этого вторичного процесса связана с различным вкладом двух блоховских волн в дифракцию. Если для энергии излучения  $E = 10,502$  кэВ минимум флуоресценции (кривая 1) наблюдался для меньших углов, чем  $\theta_B$  (рис. 7.3, а), то для

(рис. 7.3,б), где формы соответствующих кривых 1 — 3 качественно совпадают с формами экспериментальных (рис. 7.3, а).

### 7.3. Стоячие рентгеновские волны при условии равенства нулю действительной части структурного фактора

Поскольку в области аномальной дисперсии РЛ, как уже обсуждалось в предыдущих главах, существует точка, где структурный фактор бинарного кристалла может быть близок к нулю, рассмотрим этот случай с точки зрения изучения структуры волнового поля, которая важна для анализа кривых выхода флуоресценции.

Волновое поле для каждой из ветвей дисперсионной поверхности (3.17), где разность фаз  $\delta = \alpha_{hi} - \alpha_{hr}$  между действительной и мнимой частями коэффициентов Фурье  $\chi_h$ , может быть выражено с помощью (7.2).

Для симметричного случая в многоатомном кристалле соотношение  $q = 0$  ( $q = |\chi_{ih}|^2 / \chi_h^2$ ) может выполняться при  $\chi_{ih} = 0$ , если даже параметр, описывающий фотоэлектрическое поглощение,  $\chi_{i0} \neq 0$ . Для моноатомного же кристалла условие  $\chi_{ih} = 0$  выполняется только в случае, когда  $\chi_{i0} = 0$  [14,15].

Когда  $\alpha_{rh} = \pi$ , для первого поля  $\varphi^{(1)}$  всегда равно нулю, а для второго  $\varphi^{(2)}$  равно  $\pi$ . Волновое поле  $j$  ( $j = 1, 2$ ) для точного положения Брэгга ( $y = 0$ ) согласно [14, 15] имеет вид

$$I^{(j)}(x) = (|E_0|^2 / 2) \exp(-\mu z / \cos \vartheta_B) \left[ 1 + (-1)^{j-1} \cos(2\pi x / d) \right], \quad (7.5)$$

где координата  $x$  отсчитывается в направлении вектора обратной решетки.

Последний множитель в (7.5) описывает стоячую волну с периодом межплоскостного расстояния  $d$ . Когда  $\alpha_{rh} = \pi$ , пер-

вое поле, связанное с ветвью 1 ДП имеет пучности на атомных плоскостях, в то время как второе, происходящее от ветви 2 ДП, — узлы. В случае  $\alpha_{rh} = 0$ , ситуация становится обратной, т.е. первое поле имеет узлы в атомных плоскостях, в то время как второе поле — пучности. Значения фазовых углов для различных значений параметров в случае Лауэ-дифракции приведены в табл. 7.1.

**Таблица 7.1**

*Фазовый фактор  $\varphi$  волнового поля (7.2) для различных ветвей ДП (1,2) при  $\chi_{ih} = 0$  и  $\chi_{rh} = 0$*

$q =  \chi_{ih} ^2 / \chi_h^2$	Ветви ДП	$y = -1$	$y = 0$	$y = 1$
$q = 0$ ( $\alpha_{hr} = \pi$ )	1	0	0	0
	2	$\pi$	$\pi$	$\pi$
$q = 1$ ( $\alpha_{hi} = \pi$ )	1	$-\pi/2$	0	$\pi/2$
	2	$3\pi/2$	$\pi$	$\pi/2$

Интенсивность волнового поля  $I^{(j)}(x) / |E_0|^2$  вблизи поверхности ( $s z = 10^{-5}$ ) кристалла показана на рис.7.4. Здесь параметр  $s$  задается выражением  $s = \pi k_{r0} |\chi_{ih}| / \cos \vartheta_B$ .

Легко видеть, что оба поля  $I^{(j)}(x)$  имеют расходимость при  $|y| = 1$  (рис. 7.4, *a, б*), которая исчезает для суммарной картины (рис. 7.4, *в*). При  $x = 0$  (координата отсчитывается от положения дифрагирующей плоскости)  $I^{(1)}(0) / |E_0|^2$  растет, когда  $y$  увеличивается от  $-2$  до  $-1$ . Это поле имеет минимум, 1, при  $y = 0$ . Посредине между двумя атомными плоскостями ( $x = d/2$ ),  $I^{(1)}(d/2)$  оно имеет минимум (пунктирная линия на рис. 7.4, *a*). Другие кривые на этом рисунке показывают интенсивность поля 1 на расстояниях  $x = d/4$  (штриховая кривая),  $d = 0,75 d$  (штрихпунктирные кривые). Вариации поля 2 (рис.7.4, *б*) имеют противоположный характер по отношению к описанным законо-

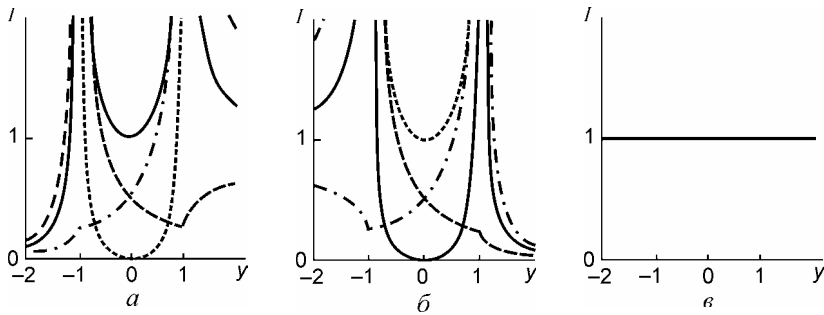


Рис. 7.4. Изменение структуры (интенсивности в произвольных единицах) волнового поля для  $x = 0$  (сплошные кривые), для  $x = d/4$  — (штриховые кривые), для  $x = d/2$  — (пунктирные кривые), для  $x = 3d/4$  — (штрихпунктирные) для случая симметричной Лауэ-дифракции при  $q=1$ ,  $g_0 = \chi_{i0}/|\chi_{ih}| = -1$  и  $\alpha_{ih} = \pi$

мерностям изменения амплитуды поля 1. Суммарное поле (1+2) показано на рис.7.4, в. Оно — постоянно при изменении величины параметра  $y$ . Все описанные закономерности при варьировании волновых полей 1,2 в точке  $\chi_{rh} = 0$  важны для анализа выхода вторичных процессов вблизи угла Брэгга.

Аналогичные рассуждения и теоретические выкладки для случая дифракции Брэгга также приведены в работе [11].

#### 7.4. Некоторые аспекты применения метода стоячих рентгеновских волн при исследовании структуры реальных кристаллов

Как правило, все работы по изучению вторичных процессов проводятся применительно к длинам волн падающего излучения, расположенным вдали от краев поглощения атомов среды, т.е. в отсутствие аномальной дисперсии. Например, в работе [16] изучена возможность определения полярности бинарных кристаллов GaP при использовании рентгеновской



флуоресценции в условиях динамической дифракции  $\text{CuK}\alpha$  - излучения и рефлексов  $(\pm 111)$  и  $(\pm 222)$ . Вместе с тем изучение этих явлений в спектральной области, где происходят тонкие эффекты дисперсии различных характеристик взаимодействия рентгеновского излучения с атомами среды, интересно не только с общефизической точки зрения, но и в плане использования явления дисперсии для обнаружения нарушений, особенно в кристаллах без центра симметрии. В работе [17] приводятся результаты исследования фотоэффекта и отражения из совершенных кристаллов германия в условиях динамического рассеяния РЛ вблизи К-края поглощения при  $(111)$  симметричной брэгговской дифракции. Проводится сопоставление экспериментальных и расчетных результатов, с учетом дисперсионных поправок к функции атомного рассеяния в области аномальной дисперсии. Анализ кривых угловой зависимости фотоэмиссии выполнен по изменению углового поведения как коэффициента отражения РЛ, так и фазы волнового поля  $\delta(\vartheta)$  на атомных плоскостях. Известно [18], что в области полного отражения фаза волнового поля в случае слабопоглощающего кристалла изменяется от 0 до  $\pi$  по закону  $\delta = \pi - \arccos(y/|C|)$ , где  $C$  — угловая область полного отражения,  $y$  — угловая переменная. При  $y = -C$  на атомных плоскостях будут находиться пучности волнового поля ( $\delta = 0$ ), а при  $y = +C$  — узлы ( $\delta = \pi$ ). При увеличении поглощения поведение фазы меняется (рис.7.5).

Во-первых, появляется добавка к фазе за счет изменения фазы рассеянной волны. Эта добавка не зависит от угла падения излучения на кристалл. Во-вторых, угловая зависимость  $\delta(\vartheta)$  принимает плавный характер, т.е. фаза начинает изменяться далеко от области полного отражения. Такое поведение фазы дает возможность объяснить спектральную зависимость кривых выхода фотоэмиссии. С приближением к

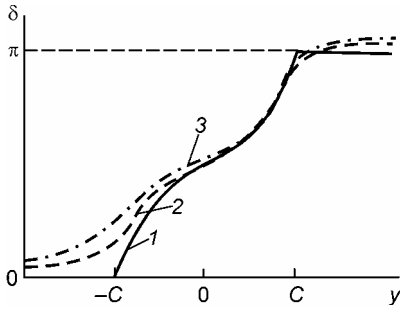


Рис.7.5. Изменение фазы  $\delta$  волнового поля в среде при увеличении поглощения: 1 — без учета поглощения; 2 — слабо поглощающий кристалл; 3 — сильно поглощающий кристалл

краю поглощения происходит уменьшение фотоэмиссии вследствие уменьшения амплитуды отраженной волны и максимальное значение интенсивности фотоэмиссии достигается несколько раньше границы области полного отражения.

В [19] изучался рентгеновский фотоэффект в связи с отражением от полярных граней кристаллов GaAs вблизи К-краев поглощения. При динамической дифракции РЛ в кристалле формируется волновое поле, интенсивность которого в точке  $r$  ячейки кристалла на глубине  $z$  от поверхности кристалла можно записать [17] как

$$\begin{aligned}
 J &= \left| 1 + \frac{D_h}{D_0} \exp(-2\pi i H r) \right|^2 \exp(-\sigma z) = \\
 &= \left[ 1 + R + 2\sqrt{R} \cos(\varphi - \delta) \right] \exp(-\sigma z),
 \end{aligned}
 \tag{7.6}$$

где  $D_0$  и  $D_h$  — амплитуды падающей и отраженной волн у поверхности кристалла;  $H$  — вектор обратной решетки соответствующего отражения;  $\sigma$  — интерференционный коэффициент ослабления интенсивности волнового поля в кристалле;  $\delta$  — разность фаз волн  $D_0$  и  $D_h$ .

Интерференционный коэффициент ослабления  $\sigma$  и отношение амплитуд, составляющих волнового поля  $X = D_h / D_0$  для случая симметричной дифракции Брэгга согласно [18], могут быть представлены в функции безразмерного параметра  $u$ , ха-

рактизирующего отклонения положения кристалла от точного брэгговского, следующим образом:

$$\sigma = 4\pi d \operatorname{Im} \frac{\sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}}}{\lambda^2} \sqrt{y^2 - C^2},$$

$$X = \frac{\chi_h}{\sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}}} (y \pm \sqrt{y^2 - C^2}), \quad y = \frac{-\Delta\theta \sin 2\theta_B + \chi_0}{P \sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}}}. \quad (7.7)$$

При вычислении Фурье-компонентов поляризуемости, входящих в выражения (7.7), следует учитывать дисперсионную зависимость функции атомного рассеяния компонентов кристалла. При вычислении структурных факторов авторами работы [19] предполагалось, что подрешетки из А и В атомов смещены относительно начала координат в противоположных направлениях вдоль главной диагонали на 1/8 часть.

Так как суммарная фотоэмиссия  $\zeta$  для атомов сорта А и В

$$\zeta = \zeta_A + \zeta_B, \quad (7.8)$$

пропорциональна интенсивности волнового поля  $J$ , соответствующим образом усредненной по глубине формирования фотоэффекта, то для любого из двух состояний поляризации полный выход фотоэффекта из кристаллов со структурой типа ZnS можно выразить через вклад атомов Zn и S с учетом того обстоятельства, что фаза структурного фактора при отражении (111)  $\varphi = \pm\pi/4$ . Величины  $\zeta_A$  и  $\zeta_B$  являются параметрами физических констант атомов (вероятностей образования электронов разных групп ( $K$ ,  $L$ , Оже) и коэффициентов поглощения.

Выполненный в работе [19] расчет показывает, что характер угловой зависимости фотоэмиссии  $\zeta$  определяется поведением как величин коэффициента отражения  $R$ , так и фазы  $\delta$ , которые в области брэгговской дифракции вблизи К-краев поглощения имеют ярко выраженную угловую зависимость рис.7.6. При увеличении поглощения появляется дополнительная до-

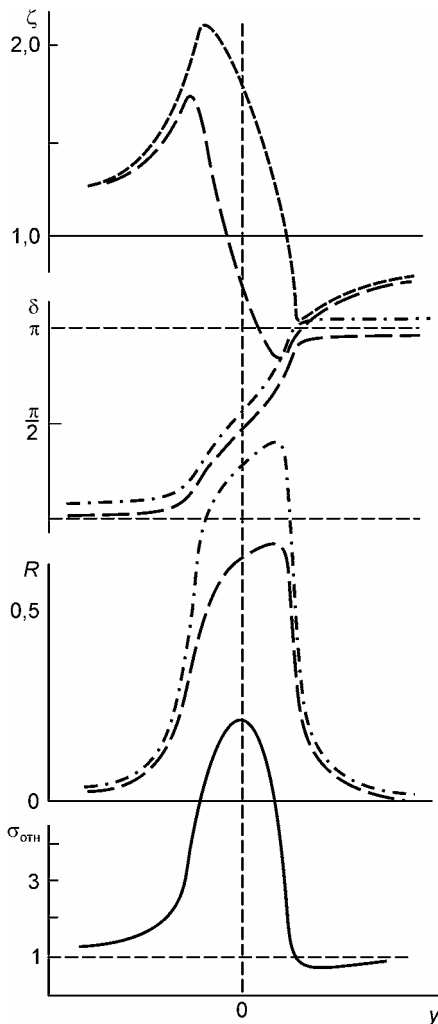


Рис.7.6. Расчетные зависимости рентгеновского фотоэффекта  $\zeta$ , фазы волнового поля  $\delta$ , коэффициента отражения  $R$  и экстинкции  $\sigma$  (отнесенной к нормальному коэффициенту поглощения) от положения кристалла для полярных граней при  $\lambda = 0,118$  нм: штриховые кривые — плоскость 111; штрихпунктирные кривые —  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$

бавка фазы  $\delta_1$  к  $\delta = \pi - \arccos y / (C_1)$ , зависящая от угла падения лучей на кристалл. Отсутствие центра симметрии приводит к сдвигу поля относительно начала координат за счет различного рассеяния атомами А и В. Этот сдвиг происходит в сторону тяжелого атома и может быть найден из выражения

$$\delta_2 = \pm \frac{1}{2} \arctg \frac{1 - k^2}{2k \cos \varphi}, \quad (7.9)$$

где  $k = |f_{Ga} / f_{As}|$ .

В области между краями поглощения компонентов бинарного кристалла GaAs коэффициент поглощения As становится в несколько раз меньше, чем Ga. Такую ситуацию можно рассматривать, как сдвиг средней поглощающей плоскости на некоторое расстояние в сторону атома

Ga. Интересно отметить, что эта полярночувствительная величина имеет разный знак для А- и В- граней плоскостей (111) и существенным образом влияет на угловую зависимость фотоэффекта.

Флуоресценция по сравнению с фотоэмиссией является вторичным процессом с большой глубиной пробега  $l' \geq \Lambda$ , поэтому эффект экстинкции этого излучения затрудняет наблюдение интерференционной структуры волнового поля, а значит, и пространственной локализации атомов. Одним из путей решения проблемы экстинкции является регистрация флуоресцентного излучения под малым углом к поверхности. Это приводит к уменьшению глубины выхода  $l = \sin \varphi / \mu$  [20]. Второй путь состоит в использовании излучения, сильно поглощающегося в среде [21]. Здесь следует упомянуть о возможности использования КЗР для анализа пространственного распределения волнового поля, так как условие  $l \leq \Lambda$  в этом случае легко выполнимо.

Кроме определения полярности в нецентросимметричных кристаллах [21] существует возможность определения малых деформаций в тонких поверхностных слоях кристалла (смещения атомов приповерхностных слоев, степени аморфизации структуры при имплантации примесей) при регистрации вторичных процессов (особенно внешнего фотоэффекта) [22 — 26].

## **Глава 8**

### **Прикладные аспекты методики анализа интегральных интенсивностей и их скачков вблизи К-краев поглощения**

В предыдущих главах были описаны результаты исследований особенностей процессов рассеяния РЛ в толстых реальных кристаллах, когда существует эффект Бормана, а также при брэгговской дифракции тормозного спектра в области аномальной дисперсии. Настоящая же глава посвящена прикладным разработкам, целью которых было использование полученных выше результатов для определения толщин гетероэпитаксиальных пленок, выяснения характера их кристаллической структуры, определения степени нестехиометричности реальных бинарных кристаллов с помощью анализа толщинных и энергетических зависимостей ИОС в области аномальной дисперсии. Кроме того, для анализа степени однородности бинарных кристаллов (наличия избыточных фаз компонентов) изучалось поведение толщинных зависимостей скачков интенсивностей вблизи К-краев поглощения в кристаллах со структурными дефектами.

#### **8.1. Рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения в тонких монокристаллах бинарных полупроводников**

В гл.5 были приведены результаты исследований закономерностей динамического рассеяния рентгеновских лучей с длинами волн вблизи К-краев поглощения атомами ряда полупроводниковых материалов (Ge, GaAs, CdSb) в условиях эф-

фекта Бормана при  $\mu t > 10$ , где  $\mu$  — нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения, а  $t$  — толщина кристалла. При этом как в совершенных, так и в реальных кристаллах теоретически и экспериментально в случае Лауэ-дифракции была установлена линейность толщинных зависимостей и логарифма скачка (отношения)  $S$  интегральных интенсивностей рассеяния  $i_2$  и  $i_1$ , измеренных, соответственно, в области длин волн  $\lambda_2 > \lambda_K$  и  $\lambda_1 < \lambda_K$ :

$$\ln S = At + B, \quad (8.1)$$

где  $A$ ,  $B$  — параметры, зависящие от структурного фактора образцов.

Методы исследования дефектов структуры, базирующиеся на ослаблении эффекта Бормана, имеют ограниченное применение в так называемых почти совершенных кристаллах, когда степень искажения периодичности решетки, которую можно характеризовать объемной долей сильно искаженных областей вокруг дефектов  $\rho_0$  невелика ( $\rho_0 \ll 1$ ). В связи с этим перспективными методами исследования реальных кристаллов, содержащих большие концентрации дефектов, следует считать дифрактометрические методы, основанные на анализе интенсивностей лауэ-дифрагированных пучков в тонких ( $\mu t \leq 1$ ) образцах, поскольку в этом случае, как известно [1], дефекты увеличивают интенсивности дифрагированных пучков за счет диффузного рассеяния [2]. С этой целью нужно было выяснить влияние дефектов структуры на интегральные интенсивности Лауэ-дифрагированных пучков  $i$  и их скачки  $S$  вблизи К-краев поглощения тонких бинарных монокристаллов, а также изучить характер толщинных зависимостей  $\ln S$  в этом случае.

Величина  $i_{id}$  для тонкого идеального кристалла описывается выражением

$$i_{id} = 0,5\pi P\chi_{rh} \exp(-\mu t / \cos \theta) I_0(h) (\sin 2\theta)^{-1}, \quad (8.2)$$

где  $\chi_{rh}$  — действительная часть коэффициента Фурье поляризуемости  $\chi$  кристалла;  $P$  — фактор поляризации;  $\theta$  — угол Брэгга;  $I_0(h)$  — функция Бесселя нулевого порядка;  $h = \mu t \varepsilon / \cos \theta$ ,  $\varepsilon$  — величина, характеризующая локальность поглощения волновых полей. Беря во внимание то обстоятельство, что в коротковолновой ( $\lambda_1 < \lambda_K$ ) и длинноволновой ( $\lambda_2 > \lambda_K$ ) областях вблизи К-края поглощения значения ряда параметров практически совпадают ( $P_1 \cong P_2, \chi_{rh1} \cong \chi_{rh2}, I_0(h)_1 \cong I_0(h)_2, \theta_1 \cong \theta_2$ ), получим выражение для  $\ln S$  в тонком идеальном кристалле

$$\ln S = \ln i_2 / \ln i_1 \cong (\mu_1 - \mu_2)t. \quad (8.3)$$

Здесь и далее все величины, относящиеся к коротковолновой и длинноволновой областям спектра, обозначены, соответственно, индексами 1 и 2. Из выражения (8.3) следует, что в тонком идеальном кристалле функция  $\ln S$  так же, как и в толстом образце, является линейной, но имеет более простой вид (отсутствует слагаемое, зависящее от  $\chi_{ih}$ ). При варьировании  $t$ , значение  $\ln S$  в данном случае определяется только разностью нормальных коэффициентов поглощения.

Рассмотрим теперь случай тонкого реального кристалла, содержащего структурные дефекты. К числу последних не будем относить искажения периодичности среды, при которых существенно изменяется величина  $\mu$  (полости, включения инородных фаз). В тонких реальных кристаллах значение  $i$  и возрастает за счет диффузной компоненты интенсивности, возникающей при рассеянии первичного пучка сильно искаженными участками решетки, расположенными на краю дельты Бормана [3]. Согласно [2] значение  $i$  для реального кристалла можно представить в виде суммы:

$$i = i_B + i_{DS}, \quad (8.4)$$



где  $i_B$ ,  $i_{DS}$  — соответственно интенсивности брэгговской и диффузной компонент. Сильно искаженные участки решетки вокруг дефектов, которые можно описать моделью идеально-мозаичного кристалла, рассеивают излучение диффузно (пропорционально объемной доле искаженной решетки  $\rho_0$ ):

$$i_{DS} = \pi |\chi_{rh}|^2 \exp(-2L) P t \exp(-\mu t / \cos \theta) (\lambda \sin 2\theta)^{-1} \rho_0, \quad (8.5)$$

где  $\exp(-2L)$  — статический фактор Дебая — Валлера. В первом приближении можно допустить, что динамическая компонента  $i_B$ , интенсивности в реальном образце ослабляется по сравнению с таковой для совершенного кристалла за счет введения в формулу (8.2) статического фактора  $\exp(-L)$ , а также экстинкционного множителя, учитывающего ослабление энергии излучения за счет диффузного рассеяния,  $\exp(-\mu_{ds}t)$ . С учетом этого запишем

$$i_B \cong i_{id} \exp(-L) \exp(-\mu_{ds}t) (1 - \rho_0). \quad (8.6)$$

Коэффициенты поглощения  $\mu_{ds}$ , как обсуждалось в гл. 5, с точностью 3 — 5% для длин волн, симметрично расположенных по отношению к  $\lambda_K$ , близки по величине, поскольку  $\mu_{ds}$  согласно [4] пропорционально  $f_{rh}^2$  (квадрату действительной части функции атомного рассеяния с учетом поправок на аномальную дисперсию). С учетом этого обстоятельства, а также сделанных допущений, записывая значения  $i$  для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , получаем выражение для логарифма скачка интенсивностей в случае тонкого реального кристалла

$$\ln S = \ln \frac{i_{B2} + i_{DS2}}{i_{B1} + i_{DS1}} = (\mu_1 - \mu_2)t. \quad (8.7)$$

Из выражения (8.7) следует, что в случае тонкого реального кристалла дефекты, не влияющие на нормальный коэффициент поглощения, не изменяют значения  $\ln S$  по сравнению с

такowymi для совершенного кристалла. Сами же интенсивности  $i_1$  и  $i_2$  при этом могут существенно изменяться. Таким образом, значение  $\ln S$  при  $\mu t \leq 1$ , в отличие от случая толстого кристалла, не зависит от структурного совершенства однородного образца.

Из данного факта следует принципиальная возможность определения концентрации  $C_i$  одного из компонентов в сложных полупроводниковых соединениях используя экспериментальные значения  $S$ , измеренного в приближении тонкого образца. Действительно, рассмотрим известное выражение для  $\mu$  в соединении

$$\mu = \rho_{\Sigma} \sum_i (\mu/\rho)_i C_i, \quad (8.8)$$

где  $C_i$  и  $(\mu/\rho)_i$  — концентрация и массовый коэффициент поглощения  $i$ -го компонента, а  $\rho_{\Sigma}$  — плотность соединения. Подставляя (8.8) в (8.7), получаем

$$\ln S = \rho_{\Sigma} \left[ \sum_i (\mu/\rho)_i^{(1)} C_i - \sum_i (\mu/\rho)_i^{(2)} C_i \right] t. \quad (8.9)$$

Из рассмотрения конкретного скачка интенсивности в бинарных соединениях, например вблизи  $\lambda_K$  первого компонента, следует, что коэффициент поглощения второго компонента оказывается приблизительно одинаковым для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , вследствие чего выражение (8.9) принимает вид

$$\ln S = \rho_{\Sigma} \left[ (\mu/\rho)_i^{(1)} - (\mu/\rho)_i^{(2)} \right] C_i t. \quad (8.10)$$

Отсюда вытекает, что по экспериментальному значению  $\ln S$ , измеренному при регистрации спектра Лауэ-дифракции для данного компонента, зная зависимость  $\mu = f(\lambda)$  можно, определять его концентрацию  $C_i$  в данном соединении. Отметим, что величины  $C_i$  не могут быть определены на основании экс-

периментальных значений интенсивностей аномального прохождения РЛ ( $\mu t > 10$ ), измеренных вблизи  $\lambda_K$ , поскольку в этом случае значение  $\ln S$  даже при  $t = \text{const}$  зависит не только от концентрации компонента, но и от структурного совершенства образца. Указанная выше возможность определения  $C_i$  из дифракционного эксперимента представляет особую ценность для тонких пленок бинарных соединений, в которых, как правило, содержится большое число структурных дефектов, приводящих в случае  $\mu t \leq 1$  к увеличению интенсивности  $i_1$  и  $i_2$ .

В работе [5] исследовались скачки интенсивности вблизи К-краев поглощения Cd, Te,  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ . Для измерений интенсивностей использовались два отражения: 220 и 331. В качестве примера на рис.8.1 показан вид спектра Лауэ-дифракции в тонком ( $t \sim 110$  мкм) кристалле CdTe. Входная поверхность всех образцов совпадала с плоскостью (110). Перед измерениями интенсивностей поверхность образцов подвергалась химической полировке. Толщина исследовавшихся образцов CdTe составляла 40 и 110 мкм, а для  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}$  — 80 мкм. При этом во всем интервале

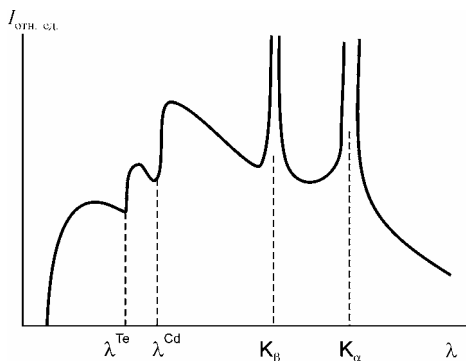


Рис. 8.1. Схематическая спектральная зависимость распределения интенсивности дифрагированного пучка для кристалла CdTe ( $\lambda^{\text{Cd}}$  и  $\lambda^{\text{Te}}$  — К-края поглощения атомами Cd и Te)

варьирования толщины образцов выполнялось приближение тонкого кристалла, как в длинноволновой, так и коротковолновой областях вблизи  $\lambda_K$ .

При построении графика  $\ln S = f(t)$  учитывалось реальное распределение интенсивности в спектре трубки с выбором такого режима ее питания, который исключал появление кратных гармоник. Измерения проводились на длинах

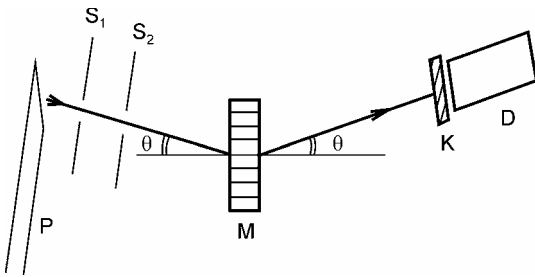


Рис.8.2. Схема абсорбционного эксперимента: P — рентгеновая трубка, M — кристалл-монокроматор, S — щели, K — исследуемый кристалл, D — детектор

волн  $\lambda_1=0,0454$  нм и  $\lambda_2=0,0475$  нм вблизи К-края поглощения Cd и  $\lambda_3=0,0376$  нм и  $\lambda_4=0,0402$  нм вблизи К-края Te. Ширина спектрального окна  $\Delta\lambda$  при использовавшихся в работе щелях не превышала 0,002 нм. Измерения нормальных коэффициентов поглощения  $\mu$  (абсорбционный эксперимент для кристалла K) в соединениях CdTe и  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$  (КРТ) проводились по схеме (рис.8.2) на непрерывном спектре трубки с Мо-анодом.

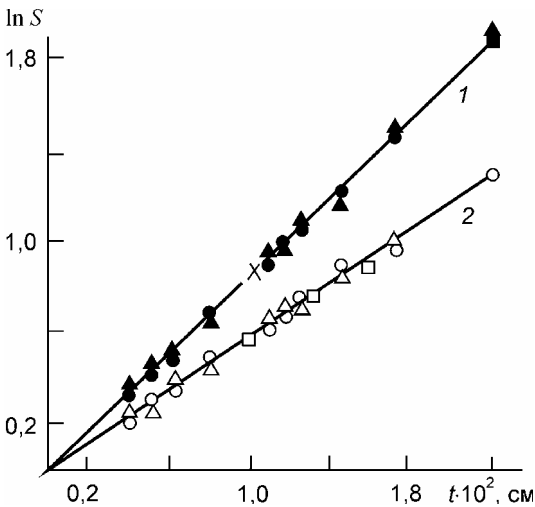


Рис. 8.3. Зависимость  $\ln S$  в соединениях CdTe и КРТ от толщины кристалла вблизи К-краев поглощения для Cd (1), Te (2): ● и ○ — для отражения 220; ▲ и △ — для отражения 331 в CdTe, □ — для отражения 220 в КРТ

Экспериментальная и теоретическая зависимости  $\ln S=f(t)$  для атомов Cd и Te приведены на рис.8.3. Теоретическая зависимость строилась с использованием при расчете экспериментально измеренных значений  $\mu$  для заданных длин волн. Из рисунка вид-

но, что теоретические и экспериментальные значения хорошо согласуются между собой. Это свидетельствует о том, что в приближении тонкого кристалла линейность функции  $\ln S = f(t)$  выполняется достаточно хорошо в широком интервале толщин и зависит только от параметра  $t$ . Согласование теоретических и экспериментальных значений  $\ln S$  свидетельствует также о том, что в изученных образцах отсутствовали включения каких-либо инородных фаз и пустоты. Это согласование подтверждает также наше предположение об отсутствии зависимости скачка поглощения в области  $\mu t \leq 1$  от структурных дефектов, которые неизбежно имеются в данных кристаллах. В пользу этого свидетельствует характер экспериментальных зависимостей,  $\ln i_m = f(t)$ , где  $m$  равен 1,2,3,4, измеренных вблизи К-краев поглощения Cd и Te, которые здесь не приводятся для краткости описания. Все эти функции оказались сдвинутыми вверх по оси ординат за счет диффузной компоненты  $i_{DS}$  относительно прямых, рассчитанных для идеального кристалла. Структурные дефекты (дислокации) в исследуемых кристаллах были обнаружены с помощью топографических методов.

Поскольку в процессе измерения не исключалась возможность упругой деформации образцов за счет приклеивания их к кристаллодержателю, расчетным путем (по формулам обобщенной эйкональной теории [6]) оценивалось ее влияние на скачки интенсивностей в приближении цилиндрического изгиба. Расчет показал, что для невысоких значений параметра асимметрии дифракции ( $\psi \cong 1^\circ$ ) влияние упругих деформаций на  $S$  не существенно.

Из рис. 8.3 видно также, что  $\ln S$  не зависит от типа отражения. Действительно, для отражений 220 и 331 в CdTe экспериментальные точки укладывались на одни и те же прямые. Это говорит о том, что для тонкого кристалла значение  $\ln S$ , измеренное в абсорбционном опыте по схеме рис. 8.2., должно совпадать со значением, найденным из дифракционного эксперимента. Экспериментальный результат, отмеченный

крестиком на прямой 1, проведенный по схеме рис. 8.2., подтверждает сказанное. Используемые при этом экспериментальные значения  $\mu$  составляют, соответственно,  $\mu_1 = 156 \text{ см}^{-1}$ ,  $\mu_2 = 60 \text{ см}^{-1}$ , для Cd и  $\mu_1 = 181 \text{ см}^{-1}$ ,  $\mu_2 = 121 \text{ см}^{-1}$  для Te.

На рис. 8.3 приведены также значения  $\ln S = f(t)$ , измеренные вблизи  $\lambda_K$  Te в соединении  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ . Видно, что экспериментальные данные совпадают с теоретическими. Следовательно,  $\ln S$  определяется исключительно разностью нормальных коэффициентов поглощения  $\mu_1 - \mu_2$  для атомов Te, которая при данном значении  $x = 0,2$  близка к разности коэффициентов поглощения в соединении CdTe для атомов теллура.

Концентрация кадмия  $C_{\text{Cd}} = 48\%$ , оцененная по формуле (8.10), оказалась весьма близкой к стехиометрическому составу CdTe. Это значение не является достаточно точным, поскольку для расчета необходимо иметь более корректную зависимость массовых коэффициентов поглощения компонент от длины волны. Преимуществом дифракционного метода измерений скачков интенсивностей по сравнению с классическим абсорбционным методом определения  $\mu_1$  и  $\mu_2$  по поглощению, является простота эксперимента, а также большие абсолютные значения интенсивности  $i_1$  и  $i_2$  за счет имеющихся дефектов, что особенно важно при измерениях интенсивностей в коротковолновой области, где значение  $\mu$  велико.

## **8.2. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах CdTe с макровыделениями фаз Te и Cd**

Из анализа толщинных зависимостей логарифмов скачков интегральных интенсивностей  $\ln S = f(t)$  рентгеновских лучей, измеренных вблизи K-краев поглощения атомов решетки в толстом кристалле ( $\mu t > 10$ ), можно получить информацию о параметрах структурного совершенства кристаллов [7]. Однако

в ряде бинарных монокристаллов, каковыми являются и CdTe, наряду с дефектами первого и второго типов по классификации М.А. Кривоглаза [8], оказывающими влияние на рассеяние РЛ, возможно присутствие сегрегаций фаз Te и Cd, а также отклонение от стехиометрии за счет ухода атомов из своей подрешетки. Поскольку в толстом кристалле InS является функцией, как параметров структурного совершенства кристаллов, так и концентрации  $C_i$  компонент, это обстоятельство делает невозможным контроль кристаллов на присутствие выделений фаз компонент.

Рассмотрение зависимостей  $\ln S = f(t)$  в условиях слабого поглощения ( $\mu t < 1$ ) показало (см. предыдущий параграф), что эта величина не зависит от искажений структуры кристалла, хотя на ИИ дефекты и оказывают влияние [5]. Выражения для  $\ln S$  в этом случае принимают вид (8.7). Однако наличие в кристаллах таких грубых искажений структуры, как выделения фаз компонент, которые, вследствие различия атомных объемов преципитатов и матрицы, должны быть окруженными зоной пластической деформации, в итоге может приводить к изменению характера толщинных зависимостей ИИ и их скачков вблизи К-края в приближении тонкого кристалла.

Исследованию особенностей динамического рассеяния РЛ, характера изменения интенсивностей и их скачков в тонких кристаллах CdTe с выделениями фаз и выяснение возможности определения отклонения средней концентрации компонентов от стехиометрической посвящена работа [9].

Измерения ИИ (220) Лауэ-дифрагированных пучков (дифракционный эксперимент) проводились с помощью однокристального спектрометра (ОКС) [10]. Кроме того, измерялись значения  $\ln S$  в абсорбционном опыте, когда тонкие пластины CdTe помещались на входное окно счетчика, а с помощью кристалла кремния, установленного на оси гониометра, отдельные интервалы длин волн  $\Delta\lambda$  выделялись из непрерывного спектра. Исследовались образцы CdTe, вырезанные в на-

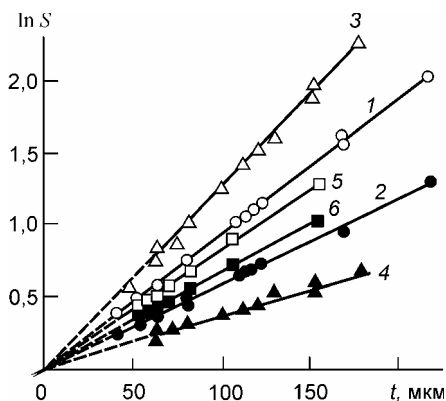


Рис.8.4. Зависимости  $\ln S=f(t)$  для кристаллов CdTe, измеренные вблизи К-краев Cd (кривые 1,3,5) и Te (кривые 2,4,6): 1,2 — стехиометрического состава; 3,4 — с выделениями фазы Cd; 5,6 — с выделениями фазы Te

на рис. 8.4, где представлены толщинные зависимости логарифмов скачков интенсивностей, измеренных вблизи К-краев поглощения компонент. Из рисунка следует, что зависимости  $\ln S=f(t)$  (прямые 3 — 6) для образцов с выделениями фаз, как и в кристаллах стехиометрического состава (прямые 1, 2), носят линейный характер, несмотря на наличие precipитатов, окруженных зоной пластической деформации матрицы. Указанные дефекты приводят к существенному возрастанию ИИ вблизи К-краев поглощения компонент (рис.8.5). Легко видеть, что изменение характера толщинной зависимости интенсивности (кривая 2) по сравнению с таковой для идеального кристалла (кривая 1) вызвано появлением диффузной (кинематической) компоненты, за счет которой и происходит значительное увеличение суммарной интенсивности, несмотря на наличие не-

чале и в конце слитка и содержащие по технологическим данным выделения фаз Te и Cd. Эти области характеризовались пониженными значениями ИИ по сравнению с центральной частью слитка. Двухкристальная брэгговская топография, позволяет выявить недифрагирующие зоны, связанные с наличием precipитатов. Возле некоторых precipитатов наблюдались локальные экстинкционные увеличения интенсивностей, связанные, вероятно, с указанной выше зоной пластической деформации.

Основные результаты эксперимента приведены на



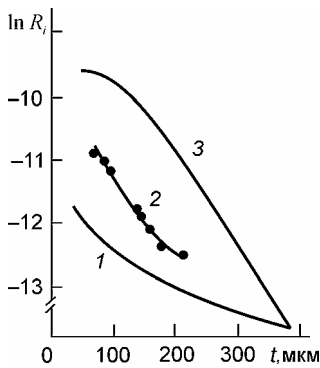


Рис.8.5. Зависимости  $\ln R_i=f(t)$  для кристалла CdTe с выделениями фаз Te: 1 — расчетные данные для идеального кристалла; 2 — измеренные данные вблизи К-края теллура; 3 — расчетные данные для идеально-мозаичного кристалла

за счет выделения Cd. В образцах же с избытком Te (прямые 5, б) картина обратная — увеличивается наклон функции  $\ln S$ , измеренной вблизи К-края Te, и уменьшается для К-края Cd.

Из соотношения (8.10) следует принципиальная возможность определения  $C_i$  при рассмотрении конкретного скачка интенсивностей вблизи К-края поглощения одного из компонент. При этом, однако, возникает ряд трудностей, делающих невозможным определение  $C_i$  из соотношения (8.10). Во-первых, с изменением  $C_i$  меняется и  $\rho_{\Sigma}$ . Во-вторых, отсутствуют точные значения массовых коэффициентов поглощения для широкой области длин волн непрерывного спектра РЛ.

дифрагирующих (поглощающих) зон. Однако прирост ИИ в кристалле с преципитатами, не достигает уровня, характеризующего мозаичный кристалл (кривая 3).

Изменение концентрации Cd или Te за счет преципитатов того или иного компонента приводит при сохранении линейного характера функции  $\ln S=f(t)$  к изменению величины наклона (рис.8.4). Так, например, избыток Cd (прямая 3) приводит к резкому увеличению наклона функции  $\ln S=f(t)$ , измеренной в области длин волн вблизи  $\lambda_K$  Cd, по сравнению с таковой для стехиометрического состояния. Одновременно уменьшается и наклон прямой 4, построенной для этого образца для К-края Te, поскольку общая концентрация этого компонента с учетом входящего в решетку Te уменьшается

Покажем, однако, что существует возможность преодоления указанных трудностей.

Запишем (8.10) для К-краев поглощения Cd и Te в образцах различного состава (нестехиометрического состава с выделениями фаз — индекс  $N$ , стехиометрического — индекс  $S$ ) и составим соответствующие отношения:

$$\frac{\ln S_N^{\text{Cd}}}{\ln S_S^{\text{Cd}}} = \frac{\rho_\Sigma^N}{\rho_\Sigma^S} \frac{C_N^{\text{Cd}}}{C_S^{\text{Cd}}}, \quad (8.11)$$

$$\frac{\ln S_N^{\text{Te}}}{\ln S_S^{\text{Te}}} = \frac{\rho_\Sigma^N}{\rho_\Sigma^S} \frac{C_N^{\text{Te}}}{C_S^{\text{Te}}}. \quad (8.12)$$

Легко видеть, что при измерениях вблизи К-края только одного из компонент возникает необходимость проведения дополнительных пикнометрических измерений. Указанной процедуры можно, однако, избежать, если провести измерения вблизи обоих К-краев. Тогда из (8.11) и (8.12) получим отношение скачков

$$k = \frac{\ln S_N^{\text{Cd}} / \ln S_S^{\text{Cd}}}{\ln S_N^{\text{Te}} / \ln S_S^{\text{Te}}} = \frac{C_N^{\text{Cd}} / C_S^{\text{Cd}}}{C_N^{\text{Te}} / C_S^{\text{Te}}}, \quad (8.13)$$

которое уже не зависит от плотности вещества. Введя следующие обозначения:  $C_S^{\text{Cd}} = a$ ,  $C_S^{\text{Te}} = b$  и приняв во внимание, что  $C_N^{\text{Cd}} = 1 - C_N^{\text{Te}}$ , получим

$$C_N^{\text{Te}} = \frac{b}{ka + b}, \quad (8.14)$$

$$C_N^{\text{Cd}} = \frac{ka}{ka + b}. \quad (8.15)$$

Из (8.14) и (8.15) следует, что для определения  $C_N^{\text{Te}}$  и  $C_N^{\text{Cd}}$  необходимо иметь только экспериментальные значения  $\ln S$ , изме-

ренные вблизи К-краев поглощения обоих компонент в кристаллах стехиометрического состава, а также в образцах с преципитатами. Концентрация компонент, определенная на основании измерения соответствующих  $\ln S$ , для исследовавшихся образцов с выделениями Cd и Te составляет соответственно  $C_N^{Cd} = 0,67$  и  $C_N^{Te} = 0,61$ , в то время как  $C_S^{Cd} = 0,47$ , а  $C_S^{Te} = 0,53$ . Для сравнения приведем значение  $C_N^{Te} = 0,56$  в образце с выделением Te, полученное на микроанализаторе фирмы «Камебакс». Видно, что наблюдается удовлетворительная корреляция между значениями концентрации компонент, определенной двумя методами. В последнем случае значение  $C_N^{Te}$  оказалось несколько заниженным. Этот факт может быть объяснен отклонением поверхностной концентрации одной из компонент от объемного значения, что связано со спецификой процессов травления вещества [11, 12].

Остается обсудить вопрос о возможностях дифракционного и абсорбционного опытов. Как отмечалось ранее, измерение скачков интенсивностей с целью определения концентраций компонент проводилось и в абсорбционном опыте. По сравнению с последним преимущество дифракционного эксперимента состояло в значительном выигрыше в величине интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  за счет присутствия дефектов, создающих диффузные всплески ИИ в исследуемых кристаллах. В табл.8.1 приведено сравнение результатов измерения соответствующих интенсивностей  $i_1$  и  $i_2$  для двух указанных выше случаев.

В заключение была проведена оценка точности определения концентрации выделений. Поскольку в (8.14—8.15) входят только экспериментальные значения  $\ln S$ , то указанная точность определяется ошибкой в измерениях ИИ:

$$\frac{\Delta C_{Te}}{C_{Te}} = C_{Cd} \frac{\Delta k}{k} = (1 - C_{Te}) \frac{\Delta k}{k}, \quad (8.16)$$

где  $\Delta k / k = 4 \Delta \ln S / \ln S$ .

**Таблица 8.1**

*Сравнение интенсивностей, измеренных вблизи К-края поглощения Cd в дифракционном и абсорбционном экспериментах*

Отражение	Дифракционный эксперимент		Абсорбционный эксперимент	
	$i_1$ <i>имп./сек</i>	$i_2$ <i>имп./сек</i>	$i_1$ <i>имп./сек</i>	$i_2$ <i>имп./сек</i>
220	318	1890	59	357
311	148	873	—	—
111	669	3884	—	—

Расчет и анализ ошибок, согласно (8.16), с учетом экспериментальных погрешностей измерения ИИ показывает, что точность определения  $C$  составляет 1,5—2%.

Резюмируя полученные здесь результаты, отметим, что экспериментальные значения ИИ в кристаллах с выделениями значительно выше, чем для идеального кристалла, несмотря на наличие недифрагирующих областей (преципитатов). Зависимости  $\ln S = f(t)$  имеют линейный характер, как и в кристаллах стехиометрического состава, что позволило разработать методику контроля образцов на присутствие преципитатов в кристаллах бинарных и тройных соединений.

### **8.3. Применение метода отношений интенсивностей Лауэ-дифракции вблизи $\lambda_K$ для изучения структурного совершенства гетероэпитаксиальных систем**

На примере кристалла с механически обработанной поверхностью (параграф 5.8) была показана перспективность метода отношений интенсивностей вблизи  $\lambda_K$  для изучения структурного совершенства такого образца. Можно провести

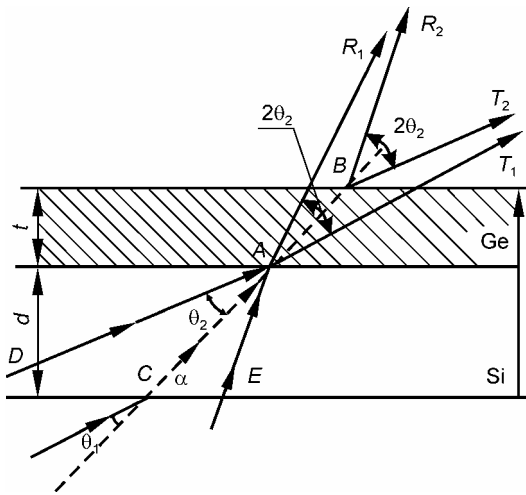


Рис. 8.6. Схема прохождения РЛ через систему Si-Ge в случае Лауэ-дифракции: CA и AB — следы атомных плоскостей в Si и Ge;  $R_1$ ,  $R_2$  и  $T_1$ ,  $T_2$  — соответственно отраженные и проходящие пучки через подложку ( $R_1$ ,  $T_1$ ) и пленку ( $R_2$ ,  $T_2$ )

известную аналогию между гетероэпитаксиальной системой, состоящей из двух веществ, одно из которых характеризуется длиной волны К-края, достаточно удаленной от  $\lambda_K$  Ge, и кристаллом с механически поврежденной поверхностью. Действительно, поскольку Ge и Si характеризуются различными брэгговскими углами, дифракция излучения с длиной волны  $\lambda$  и с малой расходимостью будет осуществляться последователь-

но, что позволяет в каждом из этих случаев рассматривать одно из веществ, приведенных в контакт, как поликристаллическое или сильно нарушенное в том смысле, что оно может характеризоваться с помощью нормального фотоэлектрического коэффициента  $\mu_0$ .

Схема прохождения рентгеновских лучей через систему Si-Ge, когда условие Лауэ поочередно выполняется для каждой из длин волн белого спектра, как для пленки, так и для подложки, показана на рис. 8.6. Рассмотрим, следуя [13], сначала более простой случай поликристаллической пленки Ge. В этом случае кристаллом-анализатором непрерывного спектра является подложка Si.

Скачок интенсивности, наблюдающийся при этом, обусловлен фотоэлектрическим поглощением атомами Ge в поликристаллической пленке на длине волны  $\lambda_K = 0,1116$  нм (рис.8.7, *a*). Покажем, что с помощью скачка интенсивности у К-края поглощения Ge может быть определена толщина  $t$  поликристаллической пленки. Интенсивность непрерывного излучения на длине волны  $\lambda_1 < \lambda_K$ , расположенной в коротковолновой области вблизи К-края поглощения, можно записать так:

$$i_1 = I_{01} \exp(-\mu_{i1}^{\text{Si}} d') \exp(-\mu_{10}^{\text{Ge}} t') K_1^{\text{Si}}, \quad (8.17)$$

где  $I_{01}$  — интенсивность падающего на кристалл излучения с длиной волны  $\lambda_1$ ;  $\mu_{i1}^{\text{Si}}$  — интерференционный коэффициент поглощения Si с дефектами на длине волны  $\lambda_1$ ;  $d' = d / \sin \alpha$  —

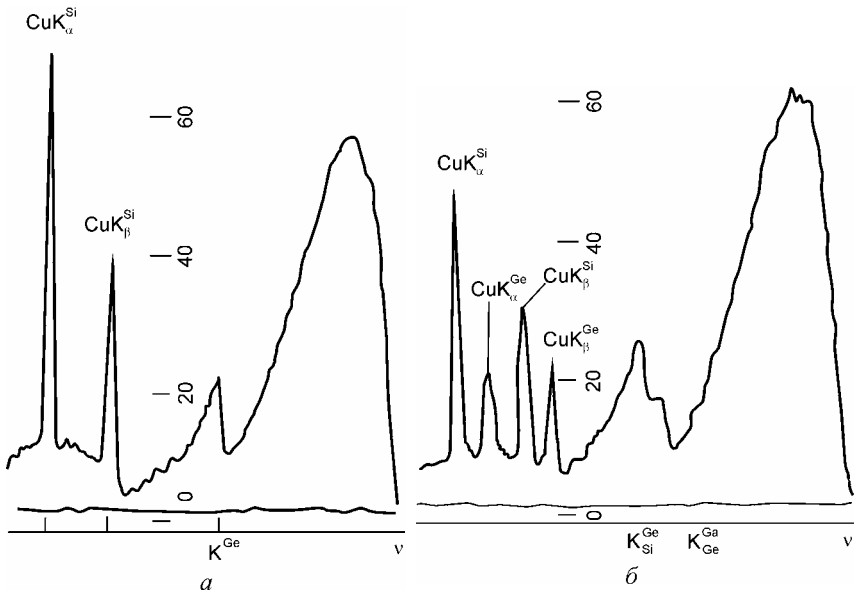


Рис. 8.7. Спектрограммы, полученные при Лауэ-дифракции смешанного излучения трубки от гетероэпитаксиальной поликристаллической (*a*) и монокристаллической (*б*) пленок Ge

путь рентгеновских волновых полей в подложке вдоль плоскостей семейства  $(hkl)$  ориентированного под углом  $\alpha$  к поверхности;  $d$  — толщина подложки (см. рис.8.6);  $\mu_{10}^{\text{Ge}}$  — нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения Ge на длине волны  $\lambda_1$ ;  $t' = t / \cos \Phi$  — эффективный путь рентгеновских лучей в пленке, а  $\Phi = \frac{\pi}{2} - \alpha - \theta$ ;  $K_1$  — множитель интенсивности, зависящей от действительной части структурного фактора и других параметров (формула 8.17).

В длинноволновой области вблизи К-края (длина волны  $\lambda_2 > \lambda_K$ ) интерференционное поглощение в Si описывается коэффициентом  $\mu_{i_2}^{\text{Si}}$ , а в Ge — фотоэлектрическим коэффициентом  $\mu_{20}^{\text{Ge}}$ . Для интенсивности  $i_2$ , измеренной в длинноволновой области вблизи К-края поглощения, запишем

$$i_2 = I_{02} \exp(-\mu_{i_2}^{\text{Si}} d') \exp(-\mu_{20}^{\text{Ge}} t') K_2^{\text{Si}}. \quad (8.18)$$

Считая что  $I_{01} \approx I_{02}$ , так как  $\lambda_2 \approx \lambda_1$ , и то, что интерференционные коэффициенты поглощения  $\mu_{i_1}^{\text{Si}} \approx \mu_{i_2}^{\text{Si}}$ , а  $K_1^{\text{Si}} \approx K_2^{\text{Si}}$ , получаем

$$\ln \frac{i_2}{i_1} = (-\mu_{20}^{\text{Ge}} + \mu_{10}^{\text{Ge}}) \frac{t}{\cos \Phi},$$

откуда:

$$t = \frac{\ln \left( \frac{i_2}{i_1} \right) \cos \left( \frac{\pi}{2} - \alpha - \theta_{cp} \right)}{\mu_{10}^{\text{Ge}} - \mu_{20}^{\text{Ge}}}. \quad (8.19)$$

Таким образом, толщина пленки  $t$  определяется на основании экспериментально измеренных  $i_1$  и  $i_2$  по формуле (8.19). Коэффициенты  $\mu_{10}^{\text{Ge}}$  и  $\mu_{20}^{\text{Ge}}$  для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  можно найти, используя литературные данные [7]. Степень совершенства

подложки при этом не играет роли. Поэтому для определения толщины пленки можно использовать практически любое сильное отражение.

Гетероэпитаксиальные пленки Ge на подложках Si получались путем роста из молекулярного пучка. Ориентация подложек по плоскости (111) выбиралась для возможности получения максимального числа симметричных Лауэ-отражений. В табл. 8.2 приведены результаты экспериментального определения толщины поликристаллической пленки при дифракции от различных плоскостей. В последнем столбце таблицы представлены значения толщин пленки  $t_p$ , полученные с поправкой скачков  $\ln S$ , учитывающих, что  $I_{01} \neq I_{02}$ ,  $\mu_{i1}^{Si} \neq \mu_{i2}^{Si}$ . Поправка была найдена экспериментально после сравнения пленки Ge. Анализ полученных данных показывает, что при использовании различных отражений для измерения  $t$  получаются близкие значения  $t_p$ . Некоторый разброс найденных значений, возможно, является результатом неоднородности пленки по толщине. Полученное среднее значение  $t_{cp}=8,52$  мкм с помощью предложенной методики удовлетворительно согласуется с данными оптических интерферометрических измерений толщины  $t_{opt} = 9,2$  мкм.

**Таблица 8.2**

*Значения параметров толщин пленок, определенные по [13]*

$hkl$	$\ln S$	$t$ , мкм	$\ln S'$	$t_p$ , мкм
111	0,5008	5,72	0,6997	7,99
220	0,6043	6,71	0,7783	8,64
113	0,6206	6,77	0,7776	8,48
400	0,6381	7,22	0,8144	8,61
224	0,7885	7,90	0,8838	8,86

*Примечание. Среднее значение  $t_{cp}=8,52$  мкм. Данные оптических измерений  $t_{opt}=9,2$  мкм.*

Когда пленка Ge является монокристалльной, спектр, записанный при отражении в случае Лауэ-дифракции от системы



Si—Ge, является более сложным (рис. 8.7, б). Кристаллом-анализатором спектра теперь являются и пленка и подложка, каждая из которых благодаря различию в параметре решетки, обладает различной дисперсией. На спектрограмме (см. рис. 8.7, б) можно отметить характеристические пики  $\alpha$  и  $\beta$  излучения меди, полученные при отражении от кремниевой подложки ( $K_{\alpha}^{\text{Si}}$ ,  $K_{\beta}^{\text{Si}}$ ) и германиевой пленки ( $K_{\alpha}^{\text{Ge}}$ ,  $K_{\beta}^{\text{Ge}}$ ). На спектрограмме видны также два скачка интенсивности, вызванных поглощением в атомах Ge длины волны  $\lambda_K = 0,1116$  нм. Один из скачков получен, как и в случае поликристаллической пленки, при интерференционном прохождении подложки Si и нормальном фотоэлектрическом поглощении в пленке, для которой в данном случае не выполняется условие Лауэ-дифракции. Величина этого скачка поглощения определяется только толщиной пленки  $t$  и не зависит от степени ее совершенства. Другой скачок интенсивности возникает при интерференционном прохождении пленки с коэффициентом поглощения  $\mu_i^{\text{Ge}}$ . Величина этого скачка является функцией как толщины пленки, так и ее совершенства. Поскольку условие Лауэ-дифракции для данной длины волны теперь не выполняется для кремниевой подложки, излучение распространяется в ней, как в поликристаллическом веществе с коэффициентом поглощения  $\mu_0^{\text{Si}}$ . Таким образом, в случае монокристалльной пленки Ge наблюдается наложение двух спектров, отраженных в случае Лауэ-дифракции независимо от пленки и подложки. Результаты описанных экспериментов показывают, что при записи спектрограмм от гетероэпитаксиальной системы Si—Ge может быть получена качественная информация о совершенстве пленки (поликристаллическая или монокристаллическая).

Поскольку в случае монокристаллической пленки происходит наложение двух спектров, определение толщины пленки является сложной задачей. Выражение для интенсивности излучения на

длине волны  $\lambda_1$ , в коротковолновой области вблизи К-края поглощения развертки спектра кремния может быть записано так:

$$i_1 = I_{01} \exp(-\mu_{i1}^{\text{Si}} d') (-\mu_{10}^{\text{Ge}} t') K_1^{\text{Si}} + I_{03} \exp(-\mu_{i3}^{\text{Ge}} t'') \exp(-\mu_{30}^{\text{Si}} d'') K_3^{\text{Ge}}, \quad (8.20)$$

где  $t''$  и  $d''$  определены по аналогии с (8.18):

$$t'' = t / \cos\left(\frac{\pi}{2} - \alpha\right); \quad d'' = d / \cos\left(\frac{\pi}{2} + \alpha\right).$$

Интерференционное прохождение сквозь подложку описывается первым членом, а нормальное — вторым. Интенсивность излучения  $I_{03}$ , падающего на кристалл, с длиной волны  $\lambda_3$ , накладывается на  $\lambda_1$ . Подобное выражение можно написать и для  $i_2$ . Из выражения (8.20) видно, что можно подобрать такие экспериментальные условия, при которых влиянием второго члена, затрудняющего определение толщины пленки, можно пренебречь.

О совершенстве эпитаксиальной пленки можно судить по величине скачка интенсивности у К-края поглощения Ge, когда кристаллом-анализатором спектра является только монокристаллическая пленка Ge. Анализ выражения (8.20) показывает, что в случае, когда подложка Si содержит большое число различных дефектов,  $\mu_i^{\text{Si}}$  резко возрастает, что должно привести к исчезновению интерференционного прохождения в подложке. При таких условиях спектрограмма будет содержать, по видимому, только скачок интенсивности, связанный с интерференционным поглощением в пленке Ge.

Резюмируя полученные результаты, отметим, что при изучении ДРПЛ вблизи  $\lambda_K$  Ge в гетероэпитаксиальной системе Si—Ge измерения проводились без использования принципа варьирования толщины. Хотя такой подход не позволяет построить функцию  $\ln S = At + B$ , однако измерения интенсивности при одной толщине пленки дает возможность определить ее толщину, а также судить о структурном совершенстве.

#### **8.4. Влияние степени совершенства пленок Ge и GaAs на скачки интегральной интенсивности вблизи К-краев поглощения в случае дифракции на отражение**

Работа Б.Г. Захарова [14] была посвящена экспериментальному исследованию совершенства Ge и GaAs методом регистрации скачков (отношений) интенсивности в области К-края поглощения [7] в геометрии Брэгга и обсуждению возможностей данного метода при исследовании совершенства монокристаллов и эпитаксиальных пленок.

Толщины эпитаксиальных пленок обычно измеряют оптически на косом шлифе или изломе образца. Однако с этими измерениями связано нежелательное разрушение образца. Определение же средней толщины эпитаксиальных пленок GaAs по взвешиванию дает очень большую ошибку, так как при температуре напыления (800—850 °С) GaAs заметно испаряется. Поэтому, разность весов подложки до и после напыления не дает истинного значения, соответствующего весу напыленной пленки. Выше уже отмечалось [13], что, регистрируя интегральную интенсивность в области длин волн, соответствующих К-краю поглощения, по скачку интенсивности можно грубо установить совершенство (идеальный или мозаичный) исследуемого кристалла. Поэтому, если на совершенной подложке находится мозаичная эпитаксиальная пленка, то в зависимости от ее толщины отношение может иметь значение, более близкое к значению скачка интенсивности для совершенного или мозаичного кристалла. В случае очень тонкой эпитаксиальной пленки обсуждаемая характеристика будет определяться скачком для совершенного кристалла. При достаточно же толстой пленке рентгеновские лучи не достигают подложки и скачок интенсивности обусловлен только самой мозаичной пленкой. Таким образом, имея эпитаксиальные пленки с различными толщинами, но одинаковые по степени совершенства

(получены при одинаковых условиях), можно построить градуировочные кривые: зависимость скачка интенсивности на К-крае от толщины эпитаксиальной пленки. Однако поскольку определение толщин эпитаксиальных пленок неразрывно связано со степенью их совершенства, то прежде всего строятся теоретические кривые зависимости скачка интенсивности от толщины пленки для случая, когда эффекты экстинкции в ней отсутствуют, т.е. для идеально мозаичной эпитаксиальной пленки. Тогда, сопоставляя экспериментальную и градуировочную кривую с теоретической, можно судить о совершенстве пленок.

В работе [14] рассмотрен случай одностороннего симметричного отражения рентгеновских лучей, когда на толстой ориентированной подложке находится эпитаксиальная пленка. Рентгеновские лучи падают под углом Брэгга к поверхности. Рассеяние в пленке и подложке можно считать независимым. Тогда в первом приближении интегральную интенсивность отражения можно представить состоящей из двух членов: интенсивности рассеяния от пленки и подложки

$$\frac{E_{\omega}}{I_0} = I = \rho_m \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{2\mu t}{\sin \vartheta}\right) \right\} + \rho_c \exp\left(-\frac{2\mu t}{\sin \vartheta}\right), \quad (8.21)$$

где  $\rho_m$  и  $\rho_c$  — интегральные интенсивности отражения, соответственно, от мозаичного и совершенного толстого кристалла. Целесообразно вести измерения относительной интенсивности, регистрируя лишь скачок интенсивности в области К-края поглощения. Скачок интенсивности на К-крае Ga, Ge или As можно записать в виде

$$\frac{i_1}{i_2} = \frac{\rho_1^{(m)} \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{2\mu_1 t}{\sin \vartheta_1}\right) \right\} + \rho_1^{(c)} \exp\left(-\frac{2\mu_1 t}{\sin \vartheta_1}\right)}{\rho_2^{(m)} \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{2\mu_2 t}{\sin \vartheta_2}\right) \right\} + \rho_2^{(c)} \exp\left(-\frac{2\mu_2 t}{\sin \vartheta_2}\right)}, \quad (8.22)$$

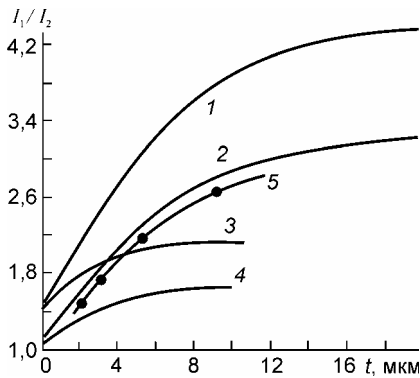


Рис.8.8. Градуировочные кривые для определения толщин эпитаксиальных пленок GaAs: сплошные линии — расчетные данные, точки — экспериментальные (1 — по скачку на К-крае Ga (111A); 2,5 — по скачку на К-крае Ga (111B); 3 — по скачку на К-крае As (111B); 4 — по скачку на К-крае As (111A))

сти на К-крае Ga. Из рис. 8.8 следует также, что для идеально мозаичных эпитаксиальных пленок GaAs определение толщин можно проводить в пределах  $0,5 \div 15$  мкм. В зависимости от совершенства пленок эти пределы будут меняться.

Скачок интенсивности в геометрии брэгговской дифракции определялся у образцов с различной плотностью дислокаций ( $10^4$ — $10^5$  см<sup>-2</sup>). Оказалось, что он практически не зависит от плотности дислокаций. Таким образом, исследованные кристаллы с точки зрения данного метода можно считать достаточно совершенными.

где индексы 1 и 2 относятся к границам К-края, соответственно, при  $\lambda_1 < \lambda_K$ ,  $\lambda_2 > \lambda_K$ . Уравнение (8.22), связывает скачок интенсивности  $i_1/i_2$  на К-крае с толщиной мозаичной пленки  $t$ .

Решение этого уравнения представлено в графическом виде на рис. 8.8. Из него следует, что скачок интенсивности на К-крае As является менее эффективным для определения толщин пленок: меньший диапазон определяемых толщин и меньшая чувствительность обусловлены большими значениями коэффициента поглощения GaAs в области К-края поглощения As. Поэтому для практических целей следует использовать лишь скачек интенсивности

Спектрограмма от эпитаксиальной пленки GaAs прежде всего свидетельствует о том, что пленка является несовершенной: скачок интенсивности на К-крае Ga 1,8 для совершенного GaAs эксперимент дает 1,1. По экспериментальной градуировочной кривой рис. 8.8 можно установить, что толщина этой пленки  $t=3,5$  мкм. Сопоставляя теоретическую и экспериментальную кривые для идеально мозаичной пленки, можно видеть, что эпитаксиальные пленки GaAs, выращенные на поверхности (111)В по методу сублимации, являются мозаичными и очень близкими к идеально мозаичной структуре. Из графика градуировочной кривой можно оценить и точность определения толщин пленок. Считая точность регистрации скачка интенсивности, как уже отмечалось ранее, 6%, можно оценить точность определения толщин пленок. На начальном участке кривой для  $t=1,5-2$  мкм она оказывается равной 10—12%, а для толщин  $t=10$  мкм — 20%.

Таким образом, на основе проведенных экспериментальных исследований Ge и GaAs в [14] показано: 1 — хорошее соответствие экспериментальных результатов выводам динамической теории рассеяния рентгеновских лучей совершенными поглощающими кристаллами в области длин волн, соответствующих К-краям поглощения Ge и GaAs; 2 — указанный метод регистрации скачка интегральной интенсивности на К-крае поглощения может быть использован для количественной оценки совершенства кристаллов; 3 — этот метод можно успешно применять для оценки совершенства эпитаксиальных пленок Ge, GaAs; 4 — для мозаичных эпитаксиальных пленок Ge, GaAs этим методом можно определять толщины пленок.

Недостатком излагаемого подхода определения толщины пленки можно считать грубую модель структуры пленки. Действительно, структурное состояние пленки может находиться между моделями идеального и идеально-мозаичного кристаллов, когда нужно учитывать вклад диффузного рассеяния на дефектах структуры пленки.

## 8.5. Изучение дефектов структуры и нестехиометрии в GaAs при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей в области длин волн, близких к К-краям поглощения атомов

Область длин волн РЛ, расположенная вблизи К-краев поглощения компонентов кристалла, характеризуется целым рядом уникальных свойств взаимодействия излучения с веществом благодаря значительному влиянию явления аномальной дисперсии [15—18]. В работах [19—22] было установлено, что в области длин волн между К-краями поглощения излучения атомами мышьяка и галлия  $\lambda_K^{\text{As}} < \lambda < \lambda_K^{\text{Ga}}$  в кристаллах арсенида галлия, при использовании КЗР, существует минимум ИИ дифрагированного пучка РЛ, который вызван равенством нулю действительной части структурного фактора  $F_h$ . Рассеяние излучения в этом случае также имеет динамический характер, но определяется лишь мнимой частью  $F_h$  (см. гл. 6). Кроме того, положение минимумов на энергетической зависимости ИИ оказывается чувствительным к величине отклонения состава кристалла от стехиометрического. В этом интервале длин волн ИОС кристалла  $R_i$  является чувствительной не только к параметру, который характеризует степень отклонения структуры от стехиометрического состава, но и к дефектам структуры 1 и 2 рода по классификации М.А. Кривоглаза [8]. Аналогичные результаты в рамках кинематической теории рассеяния РЛ были получены в случае дифракции Брэгга [23—25].

Как уже отмечалось, для КЗР в интервале длин волн  $\lambda_K^{\text{As}} < \lambda < \lambda_K^{\text{Ga}}$  существует область, где значение  $F_{rh}$ , а следовательно, и  $\chi_{rh}$ , равно нулю благодаря влиянию соответствующих действительных дисперсионных поправок  $f'$  к

атомным формфакторам  $f_0$  компонентов. Для этих рефлексов имеем [23]

$$F_h = 4 \left\{ C_{\text{Ga}} \left[ (f_0 + f')_{\text{Ga}} + f''_{\text{Ga}} \right] - C_{\text{As}} \left[ (f_0 + f')_{\text{As}} + f''_{\text{As}} \right] \right\}. \quad (8.23)$$

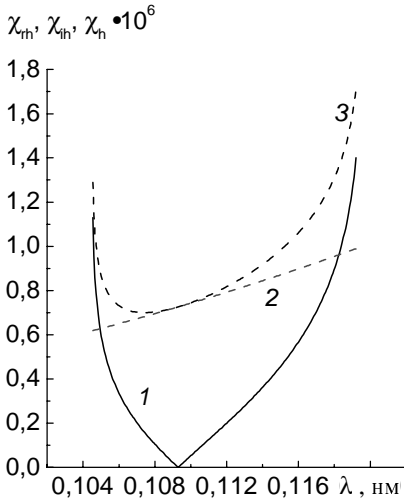


Рис.8.9. Энергетические зависимости для квазизапрещенного рефлекса 200 действительной (1), мнимой (2) составляющих коэффициентов Фурье-разложения поляризуемости кристалла GaAs, а также их суммы  $\chi_h$  (3)

Как вытекает из (8.23), в областях, близких к К-краям поглощения, существует минимум на энергетической зависимости ИОС, связанный с приближением соответствующей действительной части  $F_h$  к нулю. Расчет основного динамического параметра  $\chi_h$  для интервала длин волн, который использовался в работах [21, 22, 26], приведен на рис. 8.9, где показан ход действительной  $\chi_{rh}$  и мнимой  $\chi_{ih}$  частей компонент Фурье-поляризуемости  $\chi_h \sim F_h$  с длиной волны. Из (8.23) также следует, что изменение в соотношениях концентрации  $C_i$  компонентов, которое можно охарактеризовать величиной  $\Delta = C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}}$ , приводит к изменению положения точки  $F_{rh} = 0$  на энергетической зависимости  $R(\lambda)$ . Для исследований ИОС в приближении тонкого кристалла использовались образцы GaAs толщиной  $t = 35 \pm 2$  и  $80 \pm 2$  мкм с ориентацией поверхности (100).



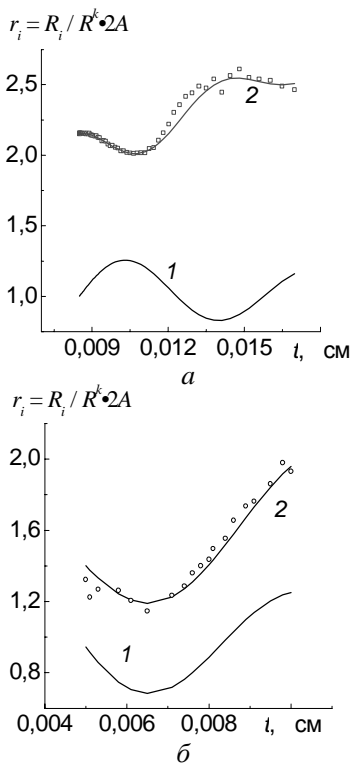


Рис.8.10. Толщинные зависимости приведенной (нормализованной на значение кинематической отражательной способности  $R_i^K$ ) ИОС при Лауэ-дифракции РЛ в кристаллах GaAs для КЗР 200: а — образец №2; б — образец №1 (1 — для идеального кристалла; 2 — аппроксимационная кривая для реального образца и точки — экспериментальные данные)

Плотность дислокаций в них составляла соответственно:  $N_d$  порядка  $8 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$  для образца №1 и  $N_d$  порядка  $8 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$  для образца №2. Были приняты соответствующие меры по устранению влияния на интенсивности дифракционных максимумов упругих деформаций во время установки образца на кристаллодержатель.

Проанализируем результаты экспериментов [19—21] по определению в GaAs характеристик структурного совершенства  $L$  и  $\mu_{ds}$ , а также параметра нестехиометричности из толщинных зависимостей ИОС для рефлексов 200 и 400. На рис. 8.10 приведены экспериментальные зависимости  $R_i = f(t)$  от толщины кристалла, полученные для двух образцов GaAs с указанной выше плотностью дислокаций  $N_d$ , в длинноволновой области К-края поглощения Ga, где указанная зависимость имеет осциллирующий характер [19]. Отметим относительно большой период маятниковых колебаний  $R_i(t)$  для КЗР ( $\Lambda \approx 100 \text{ мкм}$ ) по сравнению со значением экстинкционных длин обычных рефлексов. Видно также, что в сравнении с нижними

графиками (1), рассчитанными для нормализованных значений ИОС кристаллов GaAs с идеальной структурой, верхние кривые для реальных образцов (2) и экспериментальные зависимости (точки) смещены выше по оси ординат (влияние параметра экстинкции  $\mu_{ds}$ ), и для них наблюдается и изменение координат экстремумов толщинных зависимостей (влияние статического фактора Дебая — Валлера). Последний эффект зависит также и от степени нестехиометрии образцов, ибо неучет параметра  $\Delta$  не позволяет достичь такой степени подгонки рассчитанных функций к экспериментальным значениям  $R_i$ , которые показаны на рис. 8.10. Характеристики структурного совершенства  $L$  и  $\mu_{ds}$ , определенные из этих зависимостей, где использовалась упомянутая в [19,20] процедура подгонки  $R_i^T$  к  $R_i^{\text{эксп}}$ , приведены в табл.8.3. На рис. 8.11 изображены уже энергетические зависимости  $R_i$  для рефлекса 200, полученные для этих же образцов в области  $\lambda_K^{\text{As}} < \lambda < \lambda_K^{\text{Ga}}$ . Сплошные кривые на графике и в этом случае хорошо отображают результат подгонки теоретических значений  $R_i^T(\lambda)$  к экспериментальным  $R_i^{\text{эксп}}(\lambda)$ . Координаты минимумов указанных кривых (стрелки) были определены с помощью известной математической операции поиска экстремумов функций. Легко видеть, что положения минимумов ИОС двух образцов отвечают различным значениям  $\lambda$ , которые имеют различные поправки Г. Хёнля к  $f_0$  за счет аномальной дисперсии РЛ. Параметры нестехиометричности для исследуемых кристаллов показаны в табл. 8.4.

Расчеты показывают, что образец №1 характеризуется значительно меньшим значением отклонения  $\Delta = C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}}$  от стехиометрического состава, чем образец №2 (табл.8.4).

**Таблица 8.3**

*Значения параметров структурного совершенства кристаллов GaAs, полученные различными методиками*

Метод	Рефлекс	Образец №1		Образец №2	
		$L$	$\mu_{ds}, \text{см}^{-1}$	$L$	$\mu_{ds}, \text{см}^{-1}$
Толщинных осцилляций интенсивности	400	0,005± 0, 0003	20±3	0,0052± 0, 0004	27±4
	200	0,052± 0, 004	31±3	0,067± 0, 004	21±5
Анализа Минимумов ИОС	200	0,067± 0, 003	18±3	0,085± 0, 0005	10±2
	600	0,07 ± 0, 005	—	0,088± 0, 003	—
	400	0,006± 0, 0007	—	0,0082± 0,0005	—

**Таблица 8.4**

*Параметр отклонения структуры образцов GaAs от стехиометрического состава,  $\Delta = C_{As} - C_{Ga}$ , полученный различными методами.*

Образец	Метод осцилляций		Анализ минимумов ИОС	Анализ излучения $\text{CuK}\alpha$	
	Рефлексы		Рефлекс	Рефлексы	
	200	600	200	200	600
№1	0,0003± 0,00005	0,0004± 0,00006	0,00032± 0,00005	0,0007± 0,00004	0,00037± 0,00005
№2	0,002± 0,000039	0, 007± 0,00006	0,007± 0,000059	—	—

В последнем из них наблюдается большее отклонение в сторону излишка атомов As. Из энергетических зависимостей ИОС  $R_i(\lambda)$  были также определены значения параметров структурного совершенства  $L$  и  $\mu_{ds}$ , близкие к предыдущим значениям величин, полученных из зависимостей  $R_i(t)$  (см.

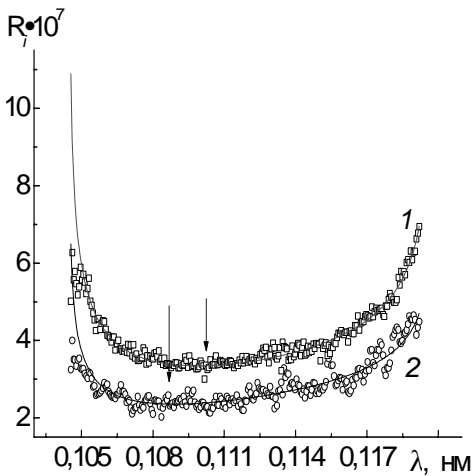


Рис.8.11. Энергетические зависимости ИОС GaAs в случае Лауэ-дифракции рефлекса 200 в области длин волн  $\lambda_K^{As} < \lambda < \lambda_K^{Ga}$ : точки — экспериментальные значения, сплошные линии — результат подгонки кривая 1 — для образца №1, кривая 2 — для образца №2

зависит соотношением  $L \approx H\Lambda^2$  (рис. 8.12). Как видно из рисунка, эту зависимость можно аппроксимировать прямой линией, тангенс угла наклона которой к оси абсцисс, пропорционален плотности дислокаций. Это соотношение между  $L$  и  $\bar{H}$  для дислокационных кристаллов кремния было установлено ранее лишь для структурных рефлексов в [28]. В данном же случае видно, что не только структурный, но и квазизапрещенный рефлексы можно описать той же зависимостью.

Дополнительно отметим, что ИОС для указанных КЗР в случае применения характеристического спектра ( $CuK_\alpha$ ,  $CuK_\beta$ ) описывается, в отличие от предыдущих результатов, уже

табл. 8.3). Анализ данных табл. 8.4 свидетельствует, что образец №2, по сравнению с первым, характеризуется не только более высоким значением отклонения от стехиометрии, но и большим значением статического фактора  $L$ . Последнее коррелирует с большей плотностью дислокаций в нем [27]. Эти результаты наблюдаются не только для отражения 400, но и для рефлексов 200 и 600. Отметим, что существует также относительно хорошая корреляция между  $\Delta$ , полученными различными методами.

Зависимость  $L$  от вектора дифракции  $\bar{H}$  описы-

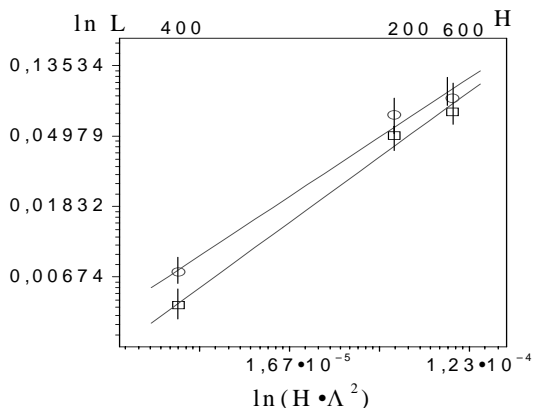


Рис. 8.12. Зависимость статического фактора Дебая—Валлера  $L$  от параметра  $H \cdot \Lambda^2$  для разных образцов: □ — для образца 1, и ○ — для образца 2

свидетелствует о незначительном влиянии на дифракцию РЛ явлений экстинкции в этих образцах, для отмеченных отражений и длин волн. С другой стороны, кинематический характер рассеяния РЛ с этими длинами волн не позволяет определить параметры  $L$  и  $\mu_{ds}$  из экспериментальных значений  $R_i(\lambda)$ , ибо полная отражательная способность кристалла в таком приближении теории М.А. Кривоглаза [8], не зависит от структурного совершенства кристалла. Это позволяет, однако, провести оценку степени отклонения состава реального кристалла от стехиометрического в рамках кинематического приближения рассеяния РЛ, ибо влиянием дефектов структуры в данном случае можно пренебречь. Данные относительно значений  $\Delta$ , полученных в таком приближении, приведены также в табл. 8.4. Сравнение этих результатов с результатами, полученными в упомянутых выше независимых экспериментах, для обработки которых использовались качественно другие математические соотношения для  $R_i$ , свидетельствует, по нашему

теорией рассеяния идеально-мозаичным кристаллом, ибо малая поправка к функциям атомного рассеяния компонентов не может существенным образом уменьшить большую длину экстинкции ( $\Lambda=100$  мкм) указанного излучения. С одной стороны, возможность использования модели идеально-мозаичного кристалла свидетель-

мнению, об удовлетворительном согласовании значений параметра  $\Delta$ , полученных как в условиях влияния структурных дефектов (динамическое приближение теории), так и при кинематическом описании рассеяния  $\lambda\text{CuK}_\alpha$ . Значения уровня нестехиометрии в кристаллах GaAs удовлетворительно коррелируют также с плотностью дислокаций (значением статфактора  $L$ ) [27]. Такое поведение параметра  $\Delta$  объясняется, возможно, насыщением участков кристалла вокруг дислокаций компонентом 5 группы периодической системы (As). Значительно более резкое изменение параметра нестехиометричности  $\Delta$ , по сравнению с изменением среднего значения плотности дислокаций  $N_d$  в образцах №1 и №2 свидетельствует, возможно, о том, что в кристалле с меньшим значением  $N_d$  более вероятны выделения преципитатов (микродефектов), которые не влияют на уровень отклонения от стехиометрии, но дают вклад в статический фактор Дебая—Валлера  $L$  [29]. В результате независимых экспериментальных исследований толщинных и энергетических зависимостей ИОС образцов GaAs, содержащих дислокации, установлена удовлетворительная корреляция значений характеристик структурного совершенства  $L$ ,  $\mu_{ds}$  и параметра нестехиометричности  $\Delta$ , определенных из экспериментальных толщинных и энергетических зависимостей ИОС. Это свидетельствует о достоверности проведенных расчетов в широком интервале длин волн с помощью формул динамической теории рассеяния РЛ для КЗР, с учетом явления аномальной дисперсии, а также о корректности применения рассмотренных методов и модельных приближений, примененных при обработке экспериментальных результатов. Показано, что для фиксированной толщины кристаллов GaAs при использовании КЗР может выполняться как динамическое, так и кинематическое приближение теории рассеяния в зависимости от выбранной длины волны. Так, например, для длин волн характеристического спектра ( $\text{CuK}_\alpha$ ,  $\text{CuK}_\beta$ ), для которых поправки к атомному

формфактору за счет аномальной дисперсии имеют малые значения, кристаллы GaAs могут считаться такими, которые рассеивают излучение, как идеально-мозаичные.

## **8.6. Структурные и композиционные нарушения в пленках GaAs:Si/GaAs, выращенных методом жидкофазной эпитаксии**

Одной из важнейших проблем в изучении полупроводниковых материалов является исследование точечных дефектов и стехиометрии, поскольку они определяют электрические и оптические свойства, эффективность и качество приборов, созданных на основе этих материалов [30—34]. Важным моментом в этой проблеме является задача определения локализации и концентрации, как электрически активных примесных, так и собственных атомов в решетке.

Экспериментальные методы исследования свойств и характеристик точечных дефектов такие, как электрические (эффект Холла) и оптические (фотолюминесценция), не являются прямыми и не могут определить характеристики этих дефектов и их расположение в решетке. Для этой цели в последнее время значительное внимание исследователей уделяется рентгенодифрактометрическим методам [23, 24, 35, 36]. Хотя они являются интегральными и не могут идентифицировать каждый тип единичных дефектов, по сравнению с другими спектроскопическими методами, анализ интенсивности дифракционных максимумов является прямым методом, который позволяет проиллюстрировать локализацию таких дефектов в решетке, а также характер деформаций вокруг них. В частности, в [23], было проанализировано влияние высоких уровней легирования порядка  $10^{20} \text{ см}^{-3}$  кремнием пленок GaAs, выращенных методами молекулярно-лучевой эпитаксии и жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ), на их структурные характеристики и локализацию

примесных атомов в решетке. Однако процесс контроля параметра нестехиометрии в этой работе осуществлялся без анализа общей дефектной структуры эпитаксиальных слоев (контроль плотности дислокаций, микродефектов) при использовании так называемого кинематического приближения теории рассеяния РЛ. Вместе с тем, как было показано в [19—22], эти дефекты могут влиять на точность определения параметра нестехиометрии. Кроме того, нарушения структуры влияют на распределение компонент и примесных атомов в кристаллах. Эпитаксиальные структуры, выращенные методом ЖФЭ на основе GaAs, легированного кремнием GaAs:Si/GaAs, используются для некоторых типов светоизлучающих диодов, поэтому исследования их структуры является актуальной задачей.

Целью работ [26, 37] было изучение характеристик микродефектов и нестехиометрии в пленках GaAs:Si/GaAs, а также установление возможной связи этих параметров с данными электрических измерений и методом массспектрометрии вторичных ионов (МСВИ). В связи с этим проводился анализ энергетических зависимостей ИОС для КЗР вблизи К-краев поглощения компонент (используя динамическое приближение теории рассеяния РЛ), измерение ИОС характеристического  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения, а также анализ деформационных характеристик эпитаксиальных систем. Характеристики структурного совершенства  $L$  и  $\mu_{ds}(\lambda)$  эпитаксиальных слоев GaAs:Si/GaAs определялись путем подгонки теоретической зависимости к экспериментальным значениям  $R^{\text{эсп}}(\lambda)$ , как это было сделано в массивных кристаллах [19, 20]. С помощью двукристалльного спектрометра измерялись интегральные интенсивности характеристического  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения для рефлексов 200, 400 и 600, а также деформации в эпитаксиальных слоях [38]. Для исследования использовались пленки GaAs:Si/GaAs, выращенные методом ЖФЭ. Основные их параметры приведены в табл. 8.5. Толщина пленок позволяла исследовать только их структуру



без вклада влияния подложки во всем интервале изменения длин волн (коэффициентов поглощения). Концентрация атомов кремния  $N_{Si}$  в пленках GaAs определялась методом МСВИ. Измерения основных электрофизических параметров (концентрация носителей тока, подвижность) проводились по стандартным методикам [38].

**Таблица 8.5**

*Параметры эпитаксиальных структур GaAs:Si/GaAs*

Номер образца	Концентрация примеси, $N_{Si}$ , см <sup>-3</sup> (МСВИ)	Концентрация носителей тока $p$ , см <sup>-3</sup>	Подвижность носителей, см <sup>2</sup> /В·с	Толщина пленок, $t$ , мкм
1	$1,6 \cdot 10^{19}$	$4,3 \cdot 10^{19}$	13	4
2	$2,5 \cdot 10^{19}$	$5,4 \cdot 10^{18}$	20	13,4
3	$3,9 \cdot 10^{19}$	6—8 $\cdot 10^{19}$	5—8	7,8
4	$8,3 \cdot 10^{19}$	$2,4 \cdot 10^{18}$	30	14,6
5	$1,6 \cdot 10^{20}$	$2,3 \cdot 10^{18}$	30	15,3
6	$1,38 \cdot 10^{21}$	$1,7 \cdot 10^{19}$	20	4,8

Кремний, являясь элементом 4 группы в полупроводниках  $A^3B^5$ , к которым принадлежит и GaAs, может проявлять себя как донор, так и акцептор, в зависимости от положения, которое он занимает в решетке. Замещение кремнием того или иного узла в решетке приводит к изменению эффективной концентрации компонент, а следовательно, и величины структурного фактора  $F_h$ , описываемого следующей формулой:

$$F_h = 4 \left\{ (1 - C_{Si}) \left[ (f_0 + f')_{As} + f''_{As} \right] + C_{Si} (f_0 + f')_{Si} - C_{Ga} \left[ (f_0 + f')_{Ga} + f''_{Ga} \right] \right\}, \quad (8.24)$$

Это изменение  $F_h$  приводит в результате к смещению  $\lambda^{\min} - \lambda_s^{\min}$  положения минимума на энергетической зависимости ИОС для КЗР.

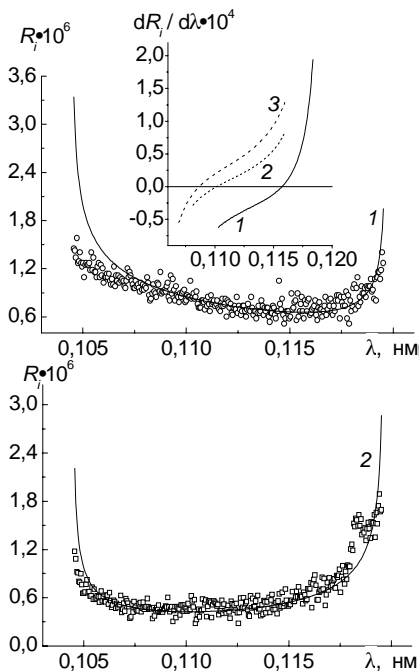


Рис. 8.13. Энергетические зависимости ИОС для эпитаксиальных структур GaAs:Si/GaAs: кривые 1 и 2 — экспериментальные зависимости, кривая 3 — для стехиометрического образца показаны фрагменты энергетических зависимостей производной от функции, (положение минимумов ИОС), полученных путем дифференцирования

изменение не может вызвать легирующий кремний, который замещает узлы As, поскольку его концентрация в этом образце по данным МСВИ, составляет только  $2,5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ . Возможное смещение минимума ИОС, которое может вызвать такое коли-

Экспериментальные энергетические зависимости ИОС (1,2) для рефлекса 200 в области длин волн  $\lambda_K^{\text{As}} < \lambda < \lambda_K^{\text{Ga}}$  для двух образцов № 2 и № 5 (точки), а также рассчитанные путем подгонки параметров для реального кристалла (сплошная кривая) показаны на рис.8.13. На вставке рисунка приведены положения минимумов ИОС для экспериментальных кривых и стехиометрического образца, определенные путем дифференцирования кривых подгонки расчетных величин к измеренным зависимостям. Как следует из рисунка, ход зависимости для образца № 2 можно характеризовать значительным смещением стехиометрического равновесия между компонентами в сторону избытка атомов Ga ( $C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}} \approx 0,047$ ), что соответствует изменению концентрации на уровне порядка  $10^{20} \text{ см}^{-3}$ . Очевидно, что такое

чество атомов Si (при условии замещения узлов As) составляет примерно 0,002. Здесь следует отметить, что в методе ЖФЭ пленка растет из пересыщенного галлием расплава, что и может являться дополнительным источником смещения равновесия в сторону избытка атомов Ga. О замещении кремнием узлов мышьяка свидетельствует и  $p$ -тип проводимости пленки ( $\text{Si}_{\text{As}}$  — акцептор). Существенное несоответствие между количеством атомов легирующей примеси и концентрацией носителей тока (см. табл.8.5) можно объяснить и образованием атомами Si кулоновских (квадратичный закон изменения поля деформаций дефекта от центра) структурных дефектов кластерного типа, которые не являются электрически активными.

Анализ энергетических зависимостей образца № 5 свидетельствует о том, что, несмотря на большую концентрацию в нем легирующей примеси ( $N_{\text{Si}}=1,6 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-3}$ ) по сравнению с образцом 2, параметр нестехиометрии несколько уменьшается ( $C_{\text{Ga}} - C_{\text{As}}$  порядка 0,008). Этот факт, наверное, можно объяснить двумя причинами: 1) атомы кремния частично заполняют подрешетку галлия ( $\text{Si}_{\text{Ga}}$  — донор) и в некоторой мере компенсируют  $p$ -тип проводимости; 2) уменьшается заполнение подрешетки As атомами Si благодаря росту концентрации и размеров кулоновских деформационных центров, в образовании которых принимает участие эта примесь.

Анализ результатов численной обработки данных измерений показывает, что концентрация кластеров (кулоновских центров) в образце 5 действительно выросла на два порядка в сравнении с образцом 2, а их размер  $R_0$  увеличился вдвое (табл. 8.6). Это подтверждает сделанное предположение о непосредственном участии атомов кремния в образовании микродефектов в образце 2. Эволюция величины структурного фактора свидетельствует о том, что такими микродефектами могут быть объединения кластеров, образованных с участием атомов Si. Кремний при этом может локализоваться в тетраэд-

рических порах решетки GaAs с ближайшим окружением атомами Si<sub>Ga</sub>, располагаясь в плоскостях подрешетки As.

**Таблица 8.6**

*Характеристики микродефектов (кулоновских центров деформации) и значения параметра нестехиометрии для эпитаксиальных структур GaAs:Si/GaAs*

№ образца	R <sub>0</sub> , мкм	n, см <sup>-3</sup>	Δ=C <sub>Ga</sub> -C <sub>As</sub>	R, %
1	5	9·10 <sup>6</sup>	-0,009	1,16
2	1	2,5·10 <sup>6</sup>	0,047	2,3
3	4,6	1·10 <sup>7</sup>	0,001	1,25
4	4,9	5·10 <sup>6</sup>	-0,025	1,29
5	1,8	2·10 <sup>8</sup>	0,008	1,5
6	3	6,5·10 <sup>6</sup>	0,011	1,36

При этом происходит смещение четырех самых близких соседей (атомов As) в направлении микрокластера, уменьшая параметр решетки GaAs. При этом Si, расположенный в тетраэдрических порах, которые для выбранных рефлексов локализуются в плоскостях мышьяка, уменьшает степень нестехиометричности кристалла. Совокупность многих таких микрокластеров в определенном объеме образца формирует структурный кулоновский центр, параметры которого (концентрация и размер) влияют на интегральную отражательную способность.

Как вытекает из результатов обработки данных измерений энергетических зависимостей ИОС КЗР 200, параметр нестехиометрии зависит от концентрации легирующей примеси (рис. 8.14). Причем, для эпислоев толщиной около 5 мкм параметр нестехиометрии Δ уменьшается с ростом концентрации Si в решетке, в то время как для структур с бóльшей толщиной (порядка 15 мкм) уменьшение происходит также, но места локализации Si в решетке GaAs для обоих случаев разные. Кон-

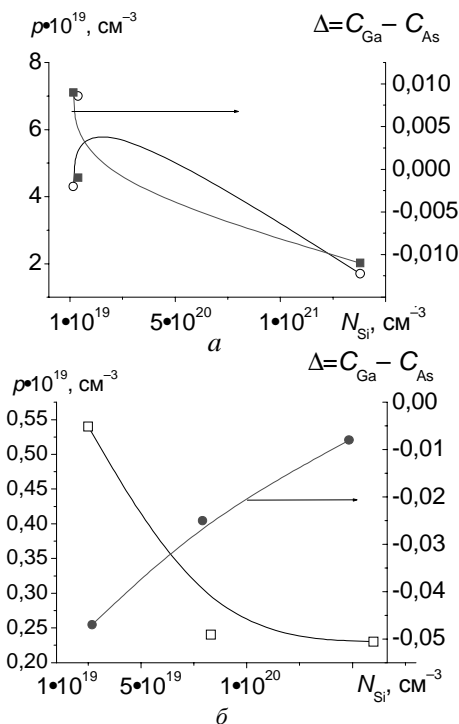


Рис. 8.14. Зависимость концентрации носителей тока  $p$  и параметра нестехиометрии от уровня легирующей примеси в тонких пленках (а) и толстых пленках (б).

Поведение концентрации носителей тока. Поведение концентрации объясняется ходом параметра нестехиометрии. Вхождение Si в узлы Ga уменьшает параметр нестехиометрии для толстых пленок, а замещение кремнием вакансий галлия в тонких пленках, приводит к снижению  $p$ , а также  $\Delta$ .

Поведение характерных размеров микродефектов в тонких пленках (уменьшение  $R_0$  с ростом  $N_{Si}$ ) и в толстых (рост  $R_0$  с ростом  $N_{Si}$ ) можно объяснить ограничением характерных раз-

центрация носителей тока, как видно из рис. 8.14 как для толстых, так и для тонких образцов уменьшается с ростом  $N_{Si}$ .

Такое поведение концентрации носителей тока можно объяснить амфотерной природой примеси Si. Известно, что при высоких уровнях легирования кремний оккупирует узлы As и проявляет себя как акцептор. По мере насыщения узлов As кремнием, с ростом  $N_{Si}$  начинает активно действовать механизм насыщения галлиевых узлов. Кремний в узле галлия  $Si_{Ga}$  — донор, поэтому происходит компенсация  $p$ -типа проводимости и умень-

меров толщиной пленки. В толстых слоях, когда происходит насыщение при заполнении узлов подрешеток атомами кремния, происходит рост эффективных размеров микродефектов. В тонких же максимальный радиус микродефектов ограничен толщиной пленки. С ростом  $N_{Si}$  увеличивается концентрация микродефектов, приводя к перекрытию полей деформации от микродефектов, что отвечает уменьшению их эффективных размеров.

Среди совокупности полученных экспериментальных результатов следует отметить удовлетворительную корреляцию в характере изменения подвижности носителей тока и размеров микродефектов. Видно, что на микродефектах (преципитатах кремния) происходит активное рассеяние носителей.

Анализ характера изменений энергетических зависимостей отражательной способности КЗР эпитаксиальных пленок, выращенных методом ЖФЭ, показал, что величина параметра нестехиометрии в значительной мере зависит от их структурного совершенства (наличия в пленках кулоновских деформационных центров, обогащенных кремнием). Поэтому уровень легирования кристаллов (эпитаксиальных слоев) атомами Si, который определяется с помощью масс-спектрометрии, может не всегда коррелировать с концентрацией основных носителей тока, зависящих от числа атомов кремния, замещающих атомы собственных компонентов кристалла.

## **8.7 Применение скачков интенсивностей для контроля нестехиометрии кристаллов**

Изучению особенностей рассеяния РЛ в случае Лауэ-дифракции с длинами волн, близкими к К-краям поглощения компонентов, для структурных рефлексов посвящены работы [5, 7, 9]. Целью работ [16, 39] было изучение толщинных зависимостей ИИ дифрагированных пучков РЛ и их скачков  $S=I_2/I_1$  вблизи К-краев поглощения для КЗР в области малых и про-

межуточных уровней поглощения. Используя выражения для ИОС [16], а также то обстоятельство, что ряд параметров вблизи К-края поглощения мало различается для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , запишем выражение для логарифма скачка [39]:

$$\ln S = (\mu_1 - \mu_2)t + \ln \left[ (1 + \kappa_2^2) / (1 + \kappa_1^2) \right] + \ln(w_2 / w_1), \quad (8.25)$$

где  $w_i = \left[ \int_0^{2A} J_0(x) dx + \sum_{r=1} \frac{1}{r! r!} (h/2)^{2r} g_{2r+1}(2A) \right]_i$ ,  $\kappa^2 = |\chi_{ih}|^2 / |\chi_{rh}|^2$ .

Из анализа (8.25) вытекает, что  $\ln S$  для КЗР отличается от аналогичного выражения [5] для структурных рефлексов на величину,  $\Delta B = \ln((1 + \kappa_2^2) / (1 + \kappa_1^2))$ , которая оказывается чувствительной к изменению эффективной концентрации компонентов. Исследовались бездислокационные, по данным рентгеновской топографии, кристаллы InSb в толщинном интервале 100 ÷ 200 мкм. Толщинная зависимость измерялась по методике, описанной в [5]. В таблице 8.7 приведены значения дисперсионных поправок к функциям атомного рассеяния, рассчитанные по формулам Г. Хёня [40], а также величины среднеквадратичных смещений атомов  $\langle u_s^2 \rangle$ , взятых из [41], по которым рассчитывались факторы Дебая — Валлера  $M_j$ .

**Таблица 8.7**

*Значение дисперсионных поправок к функциям атомного рассеяния и среднеквадратичных смещений для атомов индия и сурьмы*

К-край погло- щения	$\lambda$ , нм	$f'$		$f''$		$\langle u_s^2 \rangle$ , нм <sup>2</sup>
		In	Sb	In	Sb	
In	0,0452	-3,7056	-2,3379	0,5446	0,5726	$1,72 \cdot 10^{-3}$
	0,0437	-3,4093	-2,7463	3,2047	0,5633	
Sb	0,0415	-2,1354	-3,6708	2,9942	0,5413	$1,44 \cdot 10^{-3}$
	0,0400	-1,4645	-3,3203	2,7771	3,1795	

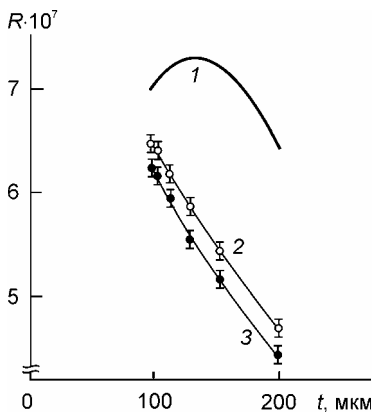


Рис. 8.15. Толщинные зависимости  $\ln R_i$  для рефлекса 200 в длинноволновой области К-края поглощения индия. 1 — расчетная; 2, 3 — экспериментальные, измеренные в различных областях кристалла.

Значения расчетных экстинкционных длин для 200 рефлекса составляют  $\Lambda_2 = 500$  мкм и  $\Lambda_1 = 430$  мкм, соответственно, для длин волн  $\lambda_2 = 0,0452$  нм и  $\lambda_1 = 0,0437$  нм вблизи К-края индия. Легко видеть, что ход экспериментальных зависимостей ИИ отличается от расчетной (1) отсутствием максимума в этом интервале изменения параметра толщины. Различие в поведении экспериментальных зависимостей и теоретической кривой (1) может быть связано с варьированием величины дисперсионных поправок, незначительное изменение которых приводит к существенному изменению параметра  $\Lambda$ . Что касается толщинных зависимостей ИИ для структурных рефлексов 400 и 220, измеренных в различных точках образца, то они совпадают с расчетными для идеального кристалла с точностью 3%. В то же время указанный выше сдвиг зависимостей  $\ln R_i = f(t)$  для

На рис. 8.15 приведены толщинные зависимости ИОС: теоретическая 1 и измеренные (2,3) в длинноволновой области К-края поглощения атомов In в двух различных областях кристалла для рефлекса 200. Кривая 1 рассчитывалась с помощью формулы (8.25). Из графика видно, что величина ИИ для зависимости 1 сначала возрастает с увеличением толщины, а потом наблюдается ее спад, то есть кривая отвечает первому максимуму толщинных осцилляций. Поскольку период осцилляций интенсивности, определяемый величиной  $\Lambda$ , достаточно большой, то на рисунке показана только его часть вблизи первого максимума.



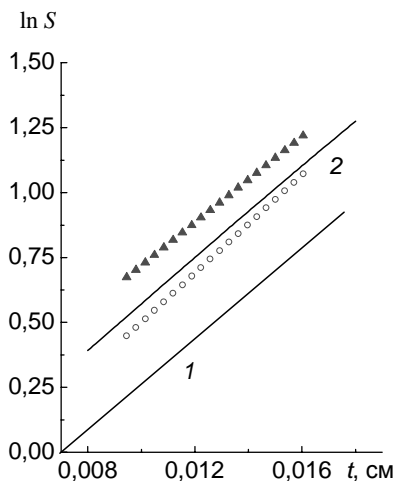


Рис. 8.16. Толщинные зависимости логарифма скачков интенсивности вблизи К-края поглощения атомов In: 1 — рефлекс 400; 2 — рефлекс 200; точки — экспериментальные значения измеренные в разных областях кристалла.

тельна к изменению состава. Тот факт, что экспериментальные значения укладываются на прямую линию, параллельную зависимости для 400, может означать, что третий член в формуле (8.25) имеет малое значение. Отклонение от стехиометрии, полученное при сопоставлении экспериментальных и теоретических значений  $\ln S$  для К-края поглощения In, составляет  $C_{\text{In}} - C_{\text{Sb}} = 0,0027$ .

рефлекса 200 вдоль оси ординат вероятнее всего связан с отклонением от стехиометрии в бездислокационном антимониде индия. На рис. 8.16 приведены экспериментальные (точки) и расчетные толщинные зависимости  $\ln S$  для кристаллов InSb при использовании рефлексов 200 (кривая 2) и 400 (кривая 1). Для рефлекса 200 графики  $\ln S = f(t)$  сдвинуты по оси ординат относительно аналогичных для 400. Изменение значений  $\ln S$  для рефлекса 200 по отношению к структурного отражения 400 в различных точках образца при  $t = \text{const}$  можно, по-видимому, объяснить влиянием отклонения от стехиометрии, поскольку величина  $\Delta B$ , как указывалось выше, чувстви-

## Заключение

Изучение особенностей динамического рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ) реальными кристаллами в области аномальной дисперсии (вблизи К-краев поглощения атомами решетки) дало возможность выявить ряд интересных физических явлений, а также определить количественные характеристики структурного состояния. Прежде всего, следует отметить установленный эффект равенства потерь энергии при диффузном рассеянии на дефектах за счет экстинкции для двух длин волн, симметрично расположенных по отношению к длине волны К-края поглощения,  $\lambda_K$ , (равенство коэффициентов поглощения Кривоглаза—Дедерихса ( $\mu_{ds1} \approx \mu_{ds2}$ )). Благодаря этому обстоятельству введенная нами впервые толщинная зависимость скачка (или отношения) интенсивностей,  $\ln S$ , вблизи  $\lambda_K$  при Лауэ-дифракции РЛ в толстом кристалле зависит только от одного параметра структурного совершенства статического фактора Дебая—Валлера  $L$ . Совместное же рассмотрение этой функции, а также толщинной зависимости интегральной интенсивности для одной из длин волн в области аномальной дисперсии вблизи  $\lambda_K$  дает возможность определить обе характеристики,  $L$  и  $\mu_{ds}$ . Обнаружены три основных типа дефектных структур в реальных кристаллах, содержащих нарушения периодичности различной природы, которые могут классифицироваться по характерным вариациям одного или двух параметров введенной функции  $\ln S = At + B$ . Когда меняется только параметр  $A$ , в кристалле действует практически только один механизм потерь энергии – фотоэлектрический (случай дислокаций или тепловых колебаний решетки). Введенная нами функция  $\ln S = f(t)$  дала впервые возможность исключить влияние термодиффузного рассеяния при изучении влияния фоно-

нов на ДРРЛ, а, значит, и корректно определить температуры Дебая моноатомного (Ge) и бинарного (InSb) кристаллов. В большинстве изученных дефектных структур одновременно действует как фотоэлектрический, так и экстинкционный механизмы (варьируются оба параметра указанной функции:  $A$  и  $B$ ). Для отдельных случаев искажений периодичности (ранние стадии распада твердых растворов, облучение кристаллов быстрыми нейтронами) установлен факт превалирующего влияния экстинкционного механизма потерь энергии РЛ ( $\Delta A \approx 0$ ).

Изучение угловых (от порядка отражения) зависимостей параметров структурного совершенства Кривоглаза — Дедерихса ( $L$  или  $\mu_{ds}$ ) в области аномальной дисперсии РЛ дало возможность идентифицировать в кристаллах доминирование того или иного типа кулоновских центров деформации (петель или кластеров).

Установлено, что при ДРРЛ тонкими кристаллами, ( $\mu t \leq 1$ ), функция  $\ln S = f(t)$  также, как и при эффекте Бормана, имеет линейный характер, но не зависит от наличия структурных дефектов в кристалле и определяется только разностью фотоэлектрических коэффициентов поглощения  $\mu_1$  и  $\mu_2$ , измеренных в коротковолновой и длинноволновой областях вблизи К-края. Рассмотрение этой функции в бинарных кристаллах дает возможность не только установить присутствие преципитатов (избытка одного из компонентов), но и определить реальную концентрацию каждого из компонентов.

Изучение поведения ДРРЛ в области аномальной дисперсии для квазизапрещенных отражений дало возможность впервые определить одновременно как параметры кулоновских деформационных центров (их концентрацию и средний радиус), так и степень отклонения реального состава бинарного кристалла от стехиометрического состояния. Установлен факт сравнительно малого, но существенного для определения указанных параметров, вклада диффузного рассеяния в полную

интегральную отражающую способность. Показано, что ДРРЛ реальными кристаллами, содержащими как дефекты структуры, так и отклонение от стехиометрии, хорошо описываются динамической теорией рассеяния РЛ, развитой В.Б. Молодким для однородно распределенных дефектов первого типа по классификации М.А. Кривоглаза. Установлено, что положение точки на энергетической зависимости полной отражающей способности в области аномальной дисперсии, где действительная часть структурного фактора равна нулю, меняется в зависимости от величины и характера (избытка одного из компонентов) отклонения реального состава бинарного кристалла от стехиометрического.

Использование первого борновского приближения в описании задачи рассеяния (кинематический подход) в области аномальной дисперсии РЛ также оказалось плодотворным при определении структурных параметров парных корреляций в расположении атомов металлических твердых растворов (коэффициентов ближнего порядка и статических смещений). Так, например, Айсом с сотрудниками в этом случае был впервые развит оптимальный метод варьирования длины волны синхротронного излучения при регистрации двумерных карт диффузного рассеяния вблизи структурных и сверхструктурных узлов обратной решетки, что дало возможность устранить паразитный вклад термодиффузной компоненты в экспериментально наблюдаемую картину. Кинематический подход позволил также Фуджимото с сотрудниками получить информацию об уровне нестехиометрии в реальных кристаллах полупроводниковых соединений. Однако, в отличие от наших работ, в которых для решения указанной задачи в рамках динамической теории В.Б. Молодкина раздельно анализируется вклад когерентной и диффузной составляющих в полную отражательную способность (ПИОС), уровень нестехиометрии при кинематическом рассмотрении можно корректно определить только из ПИОС, которая не зависит от дефектной структуры кристалла.

Широкое применение синхротронного излучения, особенно в области аномальной дисперсии, для изучения структурного состояния реальных кристаллов представляет, с нашей точки зрения, новые возможности. Это касается случаев одновременного влияния комбинированных искажений структуры (длиннопериодных и локализованных деформационных полей). Можно предположить, что при ДРРЛ упругие деформации будут оказывать влияние на диффузное рассеяние, поскольку в этом случае диффузные волны могут приспособляться к трехмерной периодичности среды, искаженной наличием дефектов. Очень интересно было бы проследить в рамках будущих экспериментов связь нестехиометрии в бинарных кристаллах с образованием кулоновских деформационных центров или других дефектных структур.

Значительную информацию о структуре кристаллов можно будет получить также из анализа тонкой структуры энергетической зависимости ИОС вблизи К-краев поглощения, когда разрешающая способность аппаратуры может быть существенно повышена по сравнению с экспериментами на обычных рентгеновских трубках.

## Список литературы к гл. 1

1. *Cole H., Stemple N.R.* Effect of crystal polarity on absorption edges in Bragg diffraction // *J. Appl. Cryst.* — 1962. — **33**, N7. — P.2227—2233.
2. *Brogren G., Hörnström E.* The X-ray reflection properties of Ge single crystals // *Arkiv för Fysik.* — 1962. — **23**, N8. — P.82—86.
3. *Захаров Б.Г.* Влияние степени совершенства *Ge* и *GaAs* на скачок интегральной интенсивности РЛ в *Ge* для интервала длин волн излучения  $0,4970 \div 2,2896 \text{ \AA}$  // *ФТТ.* — 1968. — **10**, N9. — С.2234—2237.
4. *Zachariazen W.H.* Theory of X-Ray Diffraction in Crystal. — New York: J.Wiley & Sons. — 1945. — 255 p.
5. *Fukamachi T., Hosoya S., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. I. Energy dependencies of diffraction intensities near the absorption edge // *Acta Cryst.* — 1976. — **A 32**, N1. — P.104—109.
6. *Fukamachi T., Hosoya S., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. II. Energy dependencies of the Friedel pair intensities and their ratio near the absorption edge. // *Acta Cryst.* — 1976. — **A 32**, N2. — P.245—249. — С.227—235.
7. *Ефимов О.Н., Персон Э.* Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей в *Ge* для интервала длин волн излучения  $0,4970 \div 2,2896 \text{ \AA}$  edge // *ФТТ* — 1976. — **32**, N2. — P.245—249.
8. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. III. Fine structures of integrated intensities and anomalous scattering factor near the K absorption edges in *GaAs* // *Acta Cryst.(A)* — 1977. — **33**, N2. — P.54—58.
9. *Klad'ko V.P., Datsenko L.I., Manninen S., Galambosi Sz., Molodkin V.B., Machulin V.F.* Effect of structure perfection of polar crystals on Friedel intensity ration for X-ray reflections on the region of resonant frequencies // *Metallofizika and advanced technologies.* — 2001. — **23**, N12. — P.1595—1605.
10. *Creagh D.* Theoretical and experimental techniques for determination of X-ray anomalous dispersion corrections // *Australian J. Phys.* — 1985. — **38**. — P.371—404.

11. *Kawamura T., Fukamachi T.* Temperature dependence of X-ray reflection intensity from an absorbing perfect crystal near the absorption edge // *Acta Cryst.* — 1979. — **35**,N6. — P.831—835.
12. *Morlon B., Fukamachi T., Hosoya S.* Theoretical consideration of thermal-vibration effect on X-ray integrated intensities from a noncentrosymmetric crystals near the absorption edge. // *Acta Cryst.* — 1979. — **35**,N6. — P.714—717.
13. *Гуреев А.Н., Даценко Л.И.* Динамическое рассеяние РЛ на тепловых колебаниях решетки вблизи К-края поглощения Ge// *УФЖ.* — 1975. — **20**,N1. — С.72—77.
14. *Молодкин В.Б., Кладько В.П., Гуреев А.Н., Гудзенко Г.И., Даценко Л.И.* Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции РЛ вблизи К-краев поглощения. // *Металлофизика.* — 1984. — **6**,N5. — С.103—106.

## Список литературы к гл. 2.

1. Laue M. Rontgenstrahlinterferenzen. — Akad. Verlag-Ges. — 1960 (3-te Aufl.) Frank/Main. — 470 s.
2. Zachariazen W.H. Theory of X-Ray Diffraction in Crystal. — New York: J. Wiley, Sons. — 1945. — 255 p.
3. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. — М.: ИЛ. — 1950. — 578 с.
4. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. — М.: Наука, 1982. — 390 с.
5. Gerward L. Basic X-ray interactions with matter // In “Imaging Processes and Coherence in Physics”. — 1980. — Berlin: Springer-Verlag. — P.132—138.
6. Sano H., Othaka K., Ohtsuki H. Normal and abnormal absorption coefficient of X-ray // J.Phys.Soc.Japan. — 1969. — 27,N5. — P.1254—1261.
7. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. — М.: ГИТТЛ, 1957. — 518 с.
8. Hartree D.R. The Calculation of Atomic Structures. — 1957. — John Wiley & Sons, Inc.: New York. — P.111.
9. Slater J.C. Quantum Theory of Molecular and Solids. V.4: The Self-Consistent Field for Molecular and Solids. — 1974. — New York: McGraw-Hill.
10. Pauling L. The Structure of Line Spectra. — 1930. — New York: McGraw-Hill.
11. Hirschfelder O.J., Curtiss C.F., Bird R.B. Molecular Theory of Gases and Liquids. — 1954. — New York, Wiley and Sons, Inc. — P.181.
12. Parr R.G. The Quantum Theory of Molecular Electronic Structure. — 1960. — W. Benjamin, Inc.: New York. — P.346.
13. Kumar K. Perturbation Theory and the Nuclear Many-Body Problems. — 1962. — Interscience Publisher: New York. — 173p.
14. Clementi E. Ab Initio Computations in Atoms and Molecules // J. of Research and Develop. (IBM). — 1965. — 9,N1. — P.2-19.
15. Doyle P.A., Turner P.S. Relativistic Hartree–Fock X-ray and electron scattering factors // Acta Cryst. — 1968. — A24. — P.390—397.
16. Hart M., Milne A.D. Absolute measurement of structure factors using a new dynamical interference effect // Acta Cryst(A). — 1970. — 26A. — P.223—229.
17. De Marco J.J., Weiss R.J. The Integrated Intensities of Perfect Crystals // J. Appl. Phys. — 1965. — 33. — P.2907—2908.



18. Михайлюк І.П., Раранський М.Д. Деякі результати експериментального вивчення маятникових смуг рентгенівських інтерференцій // УФЖ. — 1968. — **12**. — С.856—859.
19. *Fehlmann M., Fujimoto I.* Pendellosung Measurement of the (222) Reflection in Silicon // J. Phys. Soc. Japan. — 1975. — **38**,N1. — P.208—215.
20. *Fujimoto I.* Temperature and Pressure Dependence of the Si(222) Forbidden Reflection and the Vibration of the Bonding Charge // Phys. Rev. — 1974. — **9B**,N2. — P.591—599.
21. *Fukamachi T., Hosoya S.* The measurement of anomalous scattering factors near the GaK absorption edge in GaP // Acta Cryst.(A). — 1975. — **31**,N1. — P.215—220.
22. *Saravanan R., Mochalal S.K., Chandrasecan K.S.* Anharmonic Temperature Factors, Anomalous Dispersion Effects and Bonding Charges in GaAs // Acta Cryst. — 1992. — **A48**. — P.4—9.
23. *Pietch U.* X-Ray Structure Amplitudes for GaAs and GaP // Phys.Stat.Sol. — 1985. — **87A**. — P.151—156.
24. *Pietch U., Mahlberg J., Unger K.* Investigation of Dynamical Bond Charge Transfer in GaAs by Changing X-Ray Reflection Power under High Electric Field // Phys. Stat. Sol. — 1985. — **131**. — P.67—73.
25. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy - dispersive diffractometry // Preprint №760. The institute for Sol. Stat. Phys. The University of Tokyo. — 1976. — 19 p.
26. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. III. Fine structures of integrated intensities and anomalous scattering factor near the K absorption edges in GaAs // Acta Cryst.(A) — 1977. — **33**,N2. — P.54—58.
27. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-Ray Intensity Measurements on Large Crystals by Energy-Dispersive Diffractometry. IV. Determination of Anomalous Scattering Factors near the Absorption Edges of GaAs by the One-Intensity-Ratio Method // Acta Cryst.(A) — 1979. — **35**,N4. — P.828—831.
28. *Hönl H.* Dispersionstheorie der Röntgenstrahlen. // Z. Phys. — 1933. — V.84. — S.1-16.
29. *Cromer D.T.* Anomalous dispersion corrections computed from self-consistent field relativistic Dirac-Slater wave function // Acta Cryst. — 1965. — **18**. — P.17—23.
30. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. — М.: Изд-во МГУ, 1979, — 270 с.

31. *Parratt L.G., Hempstead C.F.* Anomalous Dispersion and Scattering of X-Ray // *Phys. Rev.* — 1954. — **94**,N6. — P.1593—1600.
32. *Fukamachi T., Hosoya S.* The Measurement of Anomalous Scattering Factors near the Ga K Absorption Edge in GaP // *Acta Cryst.* — 1975. — **31A**. — P.215—220.
33. *Hönl H.* Atomfaktor für Röntgenstrahlen als Problem der Dispersionstheorie (K-Schale) // *Ann. Phys.* — 1933. — **18**,N6. — S.625—655.
34. *Creagh D.* Theoretical and Experimental Techniques for the Determination of X-Ray Anomalous Dispersion Corrections // *Aust. J. Phys.* — 1985. — **38**. — P.371—404
35. Fuoss P., Bienenbock A. In “Inner-Shell and X-Ray Physics of Atoms and Solids” — 1981. — (Plenum: New York). — P875-884.
36. *Mobilio S.* X-ray absorption spectroscopy // *Acta Phys. Polonica (A)*. — 1994. — **86**,N5. — P.645—661.
37. *Zhao Zongyan, Han J., Fukamachi T., Yoshizawa M., Ehara K., Nakajima T.* Application of the reflection intensity of the Bijvoet pair to the determination of anomalous scattering factors for Ga // *J.Phys.: Cond.Matter.* — 1994. — **6**. — P.1619—1626.
38. *Bonse U., Hart M.* Tailless X-ray single-crystal reflection curves obtained by multiple reflection // *Appl. Phys. Lett.* — 1965. — **7**,N9. — P.238—242.
39. *Bonse U., Hart M.* An X-ray interferometer // *Appl. Phys. Lett.* — 1965. — **6**,N8. — P.155—159.
40. *Hart M., Milne A.D.* Absolute measurement of structure factors using a new dynamical interference effect // *Acta Cryst(A)*. — 1970. — **26A**. — P.223—229.
41. *Kato N., Lang A.R.* A study of Pendellösung fringes in X-ray diffraction // *Acta Crystal.* — 1959. — **12**,pt10. — P.787—794.
42. *Дроздовський В.Б., Кшевецька М.Л., Михайлюк І.П., Раранський М.Д.* Дослідження аномального розсіювання рентгенівських променів поблизу К-краю поглинання методом маятникових смуг // *УФЖ.* — 1970. — **14**. — С.1561—1564.
43. Дроздовский В.Б. Исследование дисперсии рентгеновских лучей. Диссертация на соискание ученой степени канд. физ.-мат. наук. — Черновцы. — 1973. — 120 с.
44. *Sakamaki T., Hosoya S., Fukamachi T.* Phase-Angle Determination by Anomalous X-Ray Scattering with a Four-Circle SSD Diffractometer // *Acta Cryst.* — 1980. — **36A**. — P.183—189.
45. *Negishi R., Fukamachi T., Yoshizawa M., Zhou S., Xu Z., Kawamura T., Matsumoto I., Sakamaki T., Nakajima T.* Observation of Phase Change of X-Ray Polarizability by Rocking Curves in the Bragg Case // *J. Appl. Cryst.* — 1998. — **31**. — P.351—355.

46. Dev B.N., Materlik G. X-ray Standing Waves in Noncentrosymmetric crystals and the phase problem in Crystallography.// In “Resonans Anomalous Scattering”, 1994. — Elsevier Science. — P.119—143.
47. Fukamachi T., Negishi R., Yoshizawa M., Ehara K., Kawamura T., Nakajima T., Zhao Zongyan. X-ray dynamical diffraction in *Ge* with a zero-real-part scattering factor // Acta Cryst.(A). — 1993. — **49**. — P.573—575.
48. Даценко Л.И., Кладько В.П. Лауэ-дифракция рентгеновских лучей в *GaAs* при нулевом значении действительной части структурного фактора для квазизапрещенных отражений // Кристаллография. — 2000. — **45**, №5, — С.705—708.
49. Fukamachi T., Kawamura T. X-Ray Diffraction when the Real Part of the Scattering Factor is Zero // Acta Cryst. — 1993. — **49A**. — P.384—388.

### Литература к главе 3.

1. *Moliere G.* Quantenmechanische Theorie der Röntgenstrahlinterferenzen in Kristallen. I. Ableitung und allgemeine Diskussion der dynamischen Grundgleichungen. // *Annal. Phys.* — 1939. — **35**. — P.272—296.
2. Laue M. Röntgenstrahlinterferenzen. — Leipzig: Akad.Verl. — 1960, — 476 s.
3. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. — М.: Наука, — 1982. — 392с.
4. *Hidebrandt G.* Gekrummte Röntgenstrahlen im schwach verformten Kristallgitter. // *Z.Kristallogr.* — 1959. — **112**,N4. — S.312—361.
5. *Ефимов О., Персон Э.* Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей в германии для интервала длин волн излучения  $0.4970 \div 2.2896 \text{ \AA}$ . // *ФТТ.* — 1968. — **10**,№5. — С.2234—2238.
6. *Efimov O. N., Kov'ev E. K.* Integral characteristics of anomalous transmission of X-rays. // *Phys. status solidi*, — 1966, — **17**,N1. — P. 397—410.
7. *Бругрен Е., Ефимов О.Н., Персон Э.* Определение эффективной величины спектрального окна рентгеновского спектрометра. // *ФТТ.* — 1968. — **10**. — С. 2716—2723.
8. *Hildebrandt G., Stephenson J. D., Wagnfeld H.* Normale und anomale absorption von Röntgenstrahlen in Ge und Si // *Zs. Naturorsch.* — 1973. — **28a**,№5. — P.588—600.
9. *Hönl H.* Dispersionstheorie der Röntgenschtrahlen. // *Z. Phys.* — 1933. — **84**. — S.1-16.
10. Джеймс. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. — М.:Изд-во иностр. Лит.,1950. — С.280.
11. Zachariazen W.H. Theory of X-Ray Diffraction in Crystal. — New York: J. Wiley, Sons. — 1945. — 255p.
12. *Fukamachi T., Negishi R., Kawamura T.* The dispersion surface of X-ray very near the absorption edge. // *Acta Cryst.(A)*. — 1995. — **51**,N2. — P.253—258.
13. *Zielinska-Rogozinska E.* Anomalous transmittivity in dynamical X-ray interference theory. // *Acta Phys.Polonica.* — 1965. — **27**,N4. — P.587—590.
14. *Елистратов А.М., Ефимов О.Н.* Влияние нарушений периодичности на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей. Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей // *ФТТ* — 1962. — **4**, №9. — С.2397—2410 .

15. *Cromer D.T.* Anomalous dispersion corrections computed from self-consistent field relativistic Dirac-Slater wave function. // *Acta Cryst.* — 1965. — **18**, N1 — P.17—23.
16. *Zhao Z., Han J., Zhon S., Xu Z., Fukamachi T., Negishi R., Yoshizawa M., Nakajima T.* Application of X-ray diffraction dynamics to strong anomalous scattering region of an atom. // *Physica (B)*. — 1995. — **216**. — P.96—102.
17. *Даценко Л.И., Кладько В.П., Мельник В.М., Мачулин В.Ф.* Особенности толщинных осцилляций интенсивности при рассеянии рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения галлия для квазизапрещенных отражений. // *Металлофизика и новейшие технологии*. — 1999. — **21**, №8. — С.46—54.
18. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. III. Fine structures of integrated intensities and anomalous scattering factor near the K absorption edges in GaAs. // *Acta Cryst.(A)* — 1977. — **33**, N2. — P.54—58.

#### Литература к главе 4.

1. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. - М.: Изд-во иностр. лит. — 1950. — 572 с.
2. Бругрен Е., Ефимов О., Персон Э. Определение эффективной величины “спектрального окна” рентгеновского кристалл-спектрометра. // ФТТ. — 1968. — **10**,№9. — С.2716—2723.
3. Ефимов О., Персон Э. Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей в германии для интервала длин волн излучения  $0.4970 \div 2.2896 \text{ \AA}$ . // ФТТ. — 1968. — **10**,№5. — С.2234—2238.
4. Efimov O.N., Kov'ev E.K. Integral characteristics of anomalous transmission of X-rays. // Phys. Stat. Sol. — 1966. — **17**,N1. — P.397—401.
5. Елистратов А.М., Ефимов О.Н. Влияние нарушений периодичности на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей. Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей // ФТТ — 1962. — **4**,№9. — С.2397—2410 .
6. Елистратов А.М., Ефимов О.Н. Влияние примесей на аномальное прохождение рентгеновских лучей в германии. // ФТТ. — 1963. — **5**,N7. — С.1869—1873.
7. Ефимов О.Н., Елистратов А.М. Влияние плотности дислокаций на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей.// ФТТ. — 1962. — **4**,№10. — С.2908—2913.
8. Елистратов А.М., Даценко Л.И. Влияние вскансий и их коагуляции на аномальное прохождение рентгеновских лучей в германии. // ФТТ. — 1966. — **8**,N3. — С.809—814.
9. Efimov O.N., Kovev E.K., Korovin L.I.Characteristics of anomalous transmission of X-rays in the general case of Laue diffraction // Phys.stat.sol.1969. — **35**, N1, —P.455—468.
10. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. — М.: Наука, — 1982. — 392с.
11. Cole H., Stemple N.R. Effect of crystal perfection and polarity on absorption edges seen in Bragg diffraction. // J. Appl. Phys. — 1962. — **33**,N7. — P.2227—2233.
12. Скороход М.Я., Даценко Л.И., Гуреев А.Н., Васильковский А.С. Исследование совершенства кристаллов однокристалльным спектрометром в случае лауэ-дифракции. // УФЖ. — 1970. — **15**,№5. —С.789—797.
13. Laue M. Röntgenstrahlinterferenzen. — Leipzig: Akad. Verl. — 1960, — 476 s.

14. *Gureev A.N., Gudzenko G.I., Datsenko L.I., Molodkin V.B.* The X-Ray Laue Diffraction near the absorption K-Edges of the GaAs Lattice Atoms. // *Phys. Stat. Sol.* — 1973. — **19**. — P.319—328.
15. Даценко Л.И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами полупроводников. // Автореферат диссертации доктор. физ.-мат.наук. — Киев. — 1977. — 22 с.
16. *Баттерман Б.В.* Влияние длинноволновых составляющих на результаты измерений, выполняемых с помощью двухкристального рентгеновского спектрометра. // *Приборы для научных исследований.* — 1961. — №4. — С.10—14.
17. *Eichhorn K., Hümmel K.* Single-crystal X-ray diffractometry using synchrotron radiation. // *Acta Phys. Pol.(A).* — 1994. — **86**,N4. — P.497—512.
18. *Кладько В.П., Даценко Л.И., Ткач И.И., Григорьев Д.О., Прокопенко И.В.* Особенности Лауэ-дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в монокристаллах GaAs в области слабых и высоких уровней поглощения. // *Металлофизика и нов.технологии.* — 1999. — **21**,№3. — С.3—9.
19. *Гуреев А.Н., Даценко Л.И.* Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на тепловых колебаниях решетки вблизи К-края поглощения германия.// *УФЖ.* — 1975. — **20**,№1. — С.72—77.
20. *Молодкин В.Б., Кладько В.П., Гуреев А.Н., Гудзенко Г.И., Даценко Л.И.* Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения компонентов. // *Металлофизика.* — 1984. — **6**,№5. — С.103—106.
21. *Saravanan R., Mochalal S.K., Chandrasecan K.S.* Anharmonic Temperature Factors, Anomalous Dispersion Effects and Bonding Charges in GaAs. // *Acta Cryst.* — 1992. — **A48**. — P.4—9.
22. *Gudzenko G.I., Molodkin V.B., Novitskii V.G.* Dynamical diffraction in alloys. // *Phys. Stat. Sol(A).* — 1983. — **77**,N1. — P.115—121.
23. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. — Киев.: Наукова думка, 1988.— 198 с.
24. *Grigoriev D.O., Manninen S., Datsenko L.I., Khrupa V.I., Molodkin V.B., Galambosi Sz., Klad'ko V.P., Machulin V.F.* Energy-dispersive studies of the integrated reflectivity of Bragg diffracted continuous X-ray spectrum for high-sensitive structure diagnostics of imperfect single crystal. // *Metal.Phys. and Adv.Technology.* — 2000. — **22**,N5. — P.33—41.

25. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy-dispersive diffractometry. III. Fine structures of integrated intensities and anomalous scattering factor near the K absorption edges in GaAs. // *Acta Cryst.(A)* — 1977. — **33**,N2. — P.54—58.
26. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-Ray Intensity Measurements on Large Crystals by Energy-Dispersive Diffractometry. IV. Determination of Anomalous Scattering Factors near the Absorption Edges of GaAs by the One-Intensity-Ratio Method // *Acta Cryst.(A)* — 1979. — **35**,N4. — P.828—831.
27. Гуреев А.Н. Влияние динамических и статических искажений кристаллической решетки на интерференционное прохождение рентгеновских лучей с различными длинами волн. // Автореферат диссертации канд. физ.-мат.наук. – Киев.— 1982. — 16 с.
28. Кладько В.П. Влияние точечных дефектов и их ассоциаций на рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами полупроводников. // Автореферат диссертации доктора физ.-мат. наук. – Киев. — 2000. — 32 с.
29. А.С. N1255906 СССР. Способ контроля структурного совершенства кристаллов. / Л.И.Даценко, А.Н.Гуреев, В.И.Хрупа, Е.Н.Кисловский, В.П.Кладько, А.И.Низкова, М.Я.Скороход, И.В.Прокопенко // Бюллетень изобретений. — 1986. — N33. — С.168.
30. *Низкова А.И., Гуреев А.Н., Даценко Л.И.* Изучение кинематической компоненты рассеяния рентгеновских лучей при лауэ-дифракции от различных плоскостей в тонких реальных кристаллах.// ФТТ. — 1984. — **26**,№3. — С.950—952.
31. *De Marco J.J., Weiss R.J.* The integrated intensities of perfect crystals.// *Acta Cryst.* — 1965. — **19**,N1. — P.68—72.
32. Хейкер Д.М. Рентгеновская дифрактометрия кристаллов. - Л.: Машиностроение. — 1973. — 256 с.



### Список литературы к гл. 5.

1. *Елистратов А.М., Ефимов О.Н.* Влияние нарушений периодичности на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей. Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей // ФТТ — 1962. — 4, №9. — С.2397—2410.
2. *Елистратов А.М., Ефимов О.Н.* Влияние плотности дислокаций на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей в германии. // ФТТ. — 1962. — 4, №10. — С.2908—2916.
3. *Елистратов А.М., Ефимов О.Н.* Влияние примесей на аномальное прохождение рентгеновских лучей в германии // ФТТ. — 1963. — 5, №7. — С.1869—1879.
4. *Елистратов А.М., Даценко Л.И.* Влияние вакансий и их коагуляции на аномальное прохождение рентгеновских лучей в германии // ФТТ. — 1966. — 8, №3. — С.809—815.
5. *Альтишуллер В.М., Рычкова С.В.* Влияние нарушений периодичности, возникающих при распаде кислорода в кремнии, на интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей // ФТТ. — 1968. — 10, №1. — С.322—324.
6. *Efimov O. N., Sheikhet E. G., Datsenko L. I.* Effect of impurity precipitation on the anomalous transmission in heavily arsenic-doped germanium // Phys. Stat. Sol., — 1970. — 3, №2. — P.489-498.
7. *Кушнин С. Х., Николаева Л. Г.* К вопросу о характере нарушений, возникающих в бездислокационном Si при облучении быстрыми нейтронами // ФТТ, — 1966. — 8, №3. — С. 982—984.
8. *Mariyama S.* X-ray study on crystal perfection of gallium arsenide // J. Phys. Soc. Jap. — 1966. — 21, N10, — P.2092—2093.
9. *Ковьев Э.К., Ефимов О.Н.* Определение влияния различных частей структурного фактора на зависимость интегрального коэффициента лауэ-отражения от толщины кристалла // ФТТ. — 1971, — 13, №1. — С.18—21.
10. *Шейхет Э. Г., Ефимов О. Н., Веселовская В.Н.* Аномальное прохождение рентгеновских лучей в монокристаллах кремния с дислокациями // ФТТ. — 1972. — 14, №2. — С.272—274.

11. *Шейхет Э. Г., Ефимов О. Н.* Фотоэлектрическое поглощение и диффузное рассеяние при аномальном прохождении рентгеновских лучей в монокристаллах Ge // ФТТ. — 1972. — **14**, №3. — С. 734—736.
12. *Ратников В.В., Шейхет Э.Г., Сорокин Л.М., Мосина Г.Н.* Рентгенодифракционное определение параметров дефектной структуры распавшегося твердого раствора Ge - As // Письма в ЖТФ. — 1976. — **2**, №3. — С.137-141.
13. *Olekhovich N.M., Karpei A.L., Olekhovich A.I., Puzenkova L.D.* Effect of dislocation density on integrated intensity of X-ray scattering by silicon crystals in Laue geometry // Acta Cryst. A. — 1983. — **39**, N1. — P.116—122.
14. *Гуреев А.Н., Даценко Л.И., Журавлев Б.Ф. и др.* Применение толщинных зависимостей интегральной интенсивности рассеяния рентгеновских лучей для исследования дефектной структуры монокристаллов // Металлофизика. — 1985. — **7**, №6. — С.97—99.
15. *Efimov O. N., Kov'ev E. K.* Integral characteristics of anomalous transmission of X-rays // Phys. status solidi, — 1966, — **17**, N 1. — p. 397—410.
16. *Efimov O.N., Kovev E.K., Korovin L.I.* Characteristics of anomalous transmission of X-rays in the general case of Laue diffraction // Phys.stat.sol. — 1969. — **35**, N1, — P.455—468
17. *Бругрен Е., Ефимов О.Н, Персон Э.* Определение эффективной величины спектрального окна рентгеновского спектрометра // ФТТ. — 1968. — **10**. — С.2716 - 2723.
18. *Ефимов О., Персон Э.* Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей в германии для интервала длин волн излучения  $0.4970 \div 2.2896 \text{ \AA}$ . // ФТТ. — 1968. — **10**, — С.2234—2237.
19. Пинскер З. Г. Рентгеновская кристаллооптика.—М. : Наука, 1982.—392 с.
20. *Kato N.* Integrated intensities of the diffracted and transmitted X-rays due to ideally perfect crystal (Laue case) // J. Phys. Soc. Jap. — 1955. — **10**, N1. — p.46—55.
21. *Пинскер З.Г.* Общие выражения для интегральных значений  $R_i$  и прохождения  $T_i$  при динамическом рассеянии РЛ (случай Лауэ) // Кристаллография. — 1971. — **16**, №6 . — С.1117—1126.
22. *Dederichs P. H.* Effect of defect clustering on anomalous X-ray transmission // Phys. Rev. B. —1970.— **1**, N 4. — P.1306—1317.

23. *Larson B.C., Young F.W.* Anomalous X-ray-transmission investigation of neutron-irradiated copper: comparison of theory and experiment // *Phys. Rev. B., Solid State.* — 1971. — 4,№6. — P.1709—1713.
24. *Thomas J., Stuber A.B., Dearlove J.W.* X-ray study of lithium precipitation in Ge // *J. Appl. Phys.* — 1972. — 43,№1. — P.251—253.
25. *Wenzl H.F.* Investigation of lithium precipitates in Ge crystals by anomalous X-ray transmission // *Z. Naturforsch. A.* — 1971. — 26,5. — P.495—501.
26. *Larson B.C., Schmarz W.* Huang diffuse scattering from dislocation loops and cobalt precipitation in Cu // *Phys.Stat.Solidi.* — 1980. — B99. — P.267.
27. *Молодкин В.Б., Тихонова Е.А.* Влияние диффузного рассеяния на эффект Бормана // *ФММ.* — 1967. — 24,№3. — С.385—394.
28. *Молодкин В.Б.* Динамическая теория рассеяния электронов слабо искаженными кристаллами // *ФММ.* — 1969. — 27,№4. — С.582—591.
29. Молодкин В.Б. Динамическая теория рассеяния излучений кристаллами с макроскопическими однородно распределенными дефектами произвольного типа: Автореферат дис. д-ра физ.-мат наук — Киев. — 28с.
30. Даценко Л. И., Молодкин В. Б., Осинковский М. Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами.— Киев : Наук. думка, 1988.—198 с.
31. *Даценко Л. И., Скороход М. Я., Васильковский А. С.* Интерференционное прохождение РЛ вблизи К-края поглощения Ge// *УФЖ.* — 1967. — 12,№11, — С.1921—1924.
32. *Datsenko L.I., Skorokhod M. Ya., Vasilkovskii A. S.* The effect of dislocationns on the intensity jumps at the interferential transmission of X-rays near the K-edge of absorption in Ge // *Phys. stat. sol.* — 1968. — 30,№1, — P.231—237.
33. *Скороход М. Я., Даценко Л. И., Гуреев А. Н., Васильковский А. С.* Исследование совершенства кристаллов однокристалльным спектрометром в случае лауэ-дифракции // *УФЖ.* — 1970. — 15,№5. — С.789—797.
34. Джеймс. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. — М.:ИЛ,1950. — С.280.
35. *Guzeyev A. N., Datsenko L. I., MoIodkin V. B., Gudzenko G. I.* The X-ray Laue diffraction near the absorption K-edges of the GaAs lattice atoms // *Phys. Stat. Sol. (a),* — 1973. — 19,№1. — P.319—330.
36. *Afanas'ev A. M., Kagan Yu. M.* The role of lattice vibrations in dynamical theory of X-rays// *Acta crvst.* — 1968. — A24,№1, — P.163—170.

37. Penning P., Polder D. Anomalous transmission of X-rays in electrically deformed crystals // Philips Res. Repts. — 1961. — **16**, №5. — P.419—440.
38. Efimov O. N. Contribution of thermal vibrations to the anomalous transmission of X-rays // Phys. stat. sol. — 1967. — **22**, №2. — P.297—308.
39. Battermann B. W., Chipman D. R. Vibrational amplitudes in Ge and Si // Phys. Rev. — 1962. — **127**, №3. — P.690—693.
40. De Marko J.J., Weiss R.J. The integrated intensities of perfect crystals // Acta. Cryst. — 1965. — **19**, N1. — P. 68—72.
41. Ludewig J. Bestimmung der Röntgen-Debye temperatur aus dem Borrmann-effect in Ge // Zs. Naturforsch. — 1973. — **28a**, №7. — S.1204—1213.
42. Hildebrandt G., Stephenson J. D., Wagnfeld H. Normale und anomale absorption von Röntgenstrahlen in Ge und Si // Zs. Naturforsch. — 1973. — **28a**, №5. — P.588—600.
43. Гуреев А. Н., Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на тепловых колебаниях решетки вблизи К -края поглощения германия // УФЖ. — 1975, — **20**, №1, — С.72—77.
44. Merlini A., Pace S. Effect of thermal vibrations on the anomalous transmission of X-rays in Zinc crystals // N. Nuovo Cimento. — 1965. — **X,35**. — P.377—390.
45. Бушуев В.А. Когерентные и дифракционные явления при неупругом рассеянии РЛ в кристаллах. — Автореферат диссертации доктора физ.-мат наук. — М.:1989. — 32с.
46. Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство реальных кристаллов // УФЖ. — 1979, — **24**, № 5, — С. 577—590.
47. Молодкин В.Б., Кладько В.П., Гуреев А.Н., Гудзенко Г.И., Даценко Л.И. Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения компонентов // Металлофизика. — 1984. — **6**, №5. — С.103—106.
48. Gudsenko G. I., Molodkin V. B., Novitskii V. G. Dynamical diffraction in alloys // Phys. status solidi. A, — 1983. — **77**, N1, — P.115—120.
49. Кютт Р. Н., Ефимов О. Н. Температурная зависимость аномального прохождения рентгеновских лучей в кремнии // ФТТ. — 1969. — **11**, № 2, — С.283—289.
50. Сирота Н. Н., Шипило Р. А. Температурная зависимость интенсивности брэгговских рефлексов системы  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$ .—В кн.: Химическая связь в полупроводниках. Минск: Наука и техника, 1969, с. 179—182.

51. Шумский, В. Т. Бублик, С. С. Горелик, М. А. Гуревич М. Г. Температурная зависимость среднеквадратичных смещений атомов в подрешетках некоторых полупроводниковых соединений типа  $A^3B^5$  // Кристаллография. — 1971, — **16**, № 4, — С.779—783.
52. Kawamura T., Fukamachi T. Temperature dependence of X-ray reflection intensity from an absorbing perfect crystal near the absorption edge // Acta Cryst. — 1979. — **35**,N6. — P.831—835.
53. Morlon B., Fukamachi T., Hosoya S.// Technical report of the Institute for solid state physics, University of Tokyo.-1980.-Ser.A,1051.-p.1-20.
54. Арсентьева И. П., Горелик С. С., Литвинов Ю. М., Рожанский В.Н. Механизм распада пересыщенного твердого раствора As в Ge // ФТТ, — 1967. — **9**,N11. — С.3104—3110.
55. Шейхет Э. Г., Шкот В. Я. Рентгенодифракционные исследования структуры сильно легированного Ge // Изв. АН СССР, Неорг. материалы. — 1967. — **3**,№11. — С.1967—1971.
56. Шейхет. Э. Г., Даценко Л. И. Дефекты в монокристаллах сильно легированного Ge, возникающие при термообработке // УФЖ. — 1968. — **13**,№6, — С. 2008-2013.
57. Байдаков В.В., Василевская В.Н., Даценко Л.И. Исследование взаимодействия примесей с дислокациями в сильно легированных кристаллах Ge // УФЖ. — 1971. — **16**, — С.353—363.
58. Гриднева И.В., Трефилов В.И., Даценко Л.И. и др. Влияние примесей на структурные изменения и подвижность дислокаций в Ge // УФЖ. — 1970. — **15**, — С. 611— 622.
59. Кривоглаз М. А., Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. — М., «Наука», 1967. — 336 с.
60. Иверонова В. И., Кацнельсон А. А., Кисин В. И. Расчет интерференционного коэффициента поглощения РЛ в кристаллах с точечными дефектами // ФТТ. — 1969. — **11**,№11. — С 3154—3160 .
61. Скороход М. Я., Гуреев А. Н., Даценко Л. И., Бабич В. М. Изучение структурных искажений, образующихся при распаде твердого раствора As в Ge, и их влияние на динамическое рассеяние рентгеновских лучей // УФЖ. — 1973. — **18**,№11. — С.1855—1862.
62. Гуреев А.Н., Даценко Л.И., Низкова А.И. Особенности динамического рассеяния РЛ в кристаллах Ge, легированных Li // УФЖ. — 1976. — **21**,№11. — С.1874—1888.
63. Patel J.R. X-ray diffuse scattering from Si containing oxygen clusters // J. Appl. Cryst. — 1975. — **8**. — P.186—191.

64. *Weltzin R.D., Swalin R.A., Hutchinson T.F.* Electron microscopic study of precipitates and defects in Ge and Si // *Acta Met.* — 1965. — **13**,N1. — P.115—123.
65. *Thomas J. E., Baldwin T. O., Dederichs P. H.* Diffuse X-ray scattering in fast neutron-irradiated copper crystals // *Phys. Rev. B*, — 1971. — **3**,N4 — P.1167—1173.
66. *Baldwin T. O., Sherri1 F. A, Young E. W.* Investigation of fast-neutron radiation damage in nearly perfect Cu crystals by X-ray diffraction techniques // *J. Appl. Phys.* — 1968. — **39**, 3. —P. 1541—1550,
67. *Collella R. and Merlini A.* Effects of fast neutron irradiation and of impurities on the X-ray intensities // *Phys. Stat. Sol.* —1966. — **14**, №1. — P.81—90.
68. *Bertolotti M., Papa T., Settle D., Vitali G.* Distribution of interstitials and vacancies produced by an incident fast neutrons // *Nuovo Cimento.* — 1963. —**29**. — P.1200—1205.
69. *Даценко Л.И., Николаева Л.Г., Шматко Г.Т.* Динамическое рассеяние РЛ с длинами волн, близкими к К-краю поглощения Ge, на радиационных дефектах // *УФЖ.* — 1975. —**20**,№39. — С.1471—1475
70. *Молодкин В. Б.* Классификация дефектов по их влиянию на дифракцию излучений в рамках динамической теории рассеяния. 1. Когерентное рассеяние // *Металлофизика.* —1980. — **2**, №1. — С.3—24.
71. *Молодкин В. Б.* Динамическая теория рассеяния кристаллами с хаотически распределенными дефектами. // *Металлофизика.* — 1981. — **3**, N4. — С. 27—38.
72. *Dederichs P. H.* Dynamical scattering theory for crystals with point defects // *Phys. status solidi.* — 1967. **23**,N1. P.377—386.
73. *Ефимов О. Н.* Интегральные характеристики аномального прохождения РЛ для кристаллов Ge с дислокациями // *ФТТ.* —1963. —**5**, № 5. — С. 1466—1476.
74. *Олехнович Н. М.* Интегральные характеристики дифракции РЛ в монокристаллах с хаотическим распределением дислокаций // *Металлофизика.* — 1986. — **8**,№1. —С.48—53.
75. *Молодкин В. Б., Даценко Л. И., Осинковский М.Е., Кладько В.П., Осадчая Н.В.* К вопросу о рентгенодифрактометрических исследованиях хаотически распределенных дислокаций в монокристаллах // *Металлофизика.* —1983. —**5**,№6. —с.7—15.
76. *Даценко Л.И., Николаев В.В., Гуреев А.Н., Скороход М.Я.* Поглощение и рассеяние РЛ при Лауэ-дифракции в кристаллах с хаотически распределенными дислокациями // *Металлофизика.* — 1989. —**11**,№4. —С.70—75.

77. Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство полупроводников : Дис.... д-ра физ.-мат. наук.-Киев, 1977. —309 с.
78. Олехнович Н. М., Карней А. Л., Олехнович А. И. Прямое определение статического фактора Дебая-Валлера для слабоискаженных кристаллов // ДАН БССР. — 1983. — 27, №12. — С.1083—1085.
79. Clark E. N., Hopkins R. L. Electrical conductivity of mechanically disturbed Ge surface // Phys. Rev. — 1953. — 91, — P.1566—1573.
80. Крыштаб Т. Г., Хрупа В. И., Даценко Л. И. Лауэ-дифракция рентгеновских лучей в сильнопоглощающих монокристаллах // УФЖ. — 1986. — 31, №12. — С.1845—1849.
81. Buck T. M. Damaged surface layers: Semiconductors in “The surface chemistry and semiconductors”, J.Willey, N.Y. — 1960. — P.107—135.
82. Aoki H. , Maruyama S. Measurement of distorted layer thickness of Si single crystal by X-ray anomalous transmission method // J. Phys. Soc. Japan. — 1965. — 20, — p.1731.
83. Вишневский А. С., Даценко Л. И., Фириштейн Л. А. Определение деформированного слоя в Ge после шлифования // Зав. лаб. — 1970. — 36, №1. — С.33—35.
84. Даценко Л.И., Кисловский Е.Н. Неруйнуючі рентгенодифракційні методи контролю поверхневих шарів монокристалів // Вісник академії Наук Української РСР (огляд). —1989. — 2. — С.57—66.
85. Cole H. and Stemple N. R. Effect of crystal polarity on absorption edges in Bragg diffraction. // J. Appl. Phys. — 1962. — 33, — P.2227— 2233.
86. Даценко Л.И., Короткевич Н.Ф. Дефекты, возникающие при механической обработке поверхности монокристаллов Ge // УФЖ. — 1973. — 18, N1. — С.146—152.
87. Ван Бюрен Дефекты в кристаллах, М.: «Мир», 1962, С. 495.
88. Baranskii P. I., Buda I. S., Dakhovskii I. V., Kolomoets V. V. Piezoresistance and magnetopiezoresistance of n-Ge in the [111] direction // Phys. stat. sol.(b). — 1971. — 46, N2. — P.791—796.
89. Datsenko L. I., Kislovskii E. N., Vasilkovskii A. S. X-ray absorption at Laue diffraction in an elastically distorted single crystal // Phys. stat. sol. (a). — 1974. — 23, N2. — P.215—221,
90. Datsenko L. I., Kislovskii E. N. Effect of elastic strain on the X-ray intensity at Laue diffraction in slightly asymmetrical case// Phys. stat. Sol. (a). — 1974. — 25, N5. — P.551—557.

91. *Даценко Л.И., Кисловский Е.Н.* Динамическое рассеяние РЛ на упругих искажениях решетки вблизи К-края поглощения Ge // УФЖ. — 1975. — **20**, N5. — С.810—816.
92. *Cohen B.G., Focht M.W.* X-ray measurement of elastic strain and annealing in semiconductors // Sol.State Electron., — 1970. — **13**, N2. — P.105—115.
93. *Kato N.* Pendellösung in distorted crystals/ Applications to homogeneously bent crystals // J. Phys. Soc. Jap. — 1964. — **19**, N6. — P. 971—985.
94. *Мильвидский М.Г., Освенский В.Б., Новиков А.Г., Фомин В.Г., Гришина С.П.* Влияние термообработки на совершенство структуры монокристаллов GaAs, легированных Te // Кристаллография. — 1973. — **18**, №4. — с.826—829.
95. *Hutchinson P.W., Dobson P.S.* The nature of defects in gallium arsenide // Phil. mag. — 1974. — **30**, N1. — P.65—73.
96. *Datsenko L. I., Gureev A. N., Starchik M. I.* Dynamical scattering of X-rays in gallium arsenide crystals containing dislocation loops // Phys. status solidi A — 1975. — **32**, N2. — P.549—556.
97. *Гуреев А.Н., Кладько В.П., Даценко Л.И., Скороход М.Я.* Исследование типа доминирующих микродефектов в "бездислокационном" CdTe // УФЖ. — 1986. — **31**, N1. — С.101—104.
98. *Buck P., Nadel M.* Röntgentopographische Untersuchungen in CdTe-Einkristallen // Z.Kristallogr. — 1981. — **157**, N2. — S.291—298.
99. Капустина М. Д. Рентгеноструктурное исследование атомной структуры некоторых полупроводниковых соединений  $A^2B^6$  и твердых растворов на их основе: Автореф. дис. канд. физ.-мат. наук. — М., 1969. — 21 с.
100. *Guigay J.P., Chukhovskii F.N.* Reformulation of the dynamical theory of coherent wave propagation by randomly distorted crystals // Acta Cryst. — 1992. — **A48**. — P.819—827.
101. *Бушув В.А.* Влияние многократного диффузного рассеяния на Лауэ-дифракцию РЛ в кристаллах с хаотически распределенными микродефектами // Кристаллография. — 1994. — **39**, №6. — С.983—990.
102. Олехнович Н.М. Дифракционная поляризация и динамическое рассеяние РЛ в реальных кристаллах. Автореферат дис. докт. физ.-мат. наук. — Киев. — 1987. — с.31.
103. *Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Осинковский С.И.* Динамическая теория диффузного рассеяния РЛ и электронов в кристаллах, содержащих дефекты кулоновского типа // Металлофизика. — 1983. — **5**, N1. — С.3—15.



104. Ратников В.В., Сорокин Л.М. Экспериментальное наблюдение динамических эффектов при диффузном рассеянии РЛ // ФТТ. — 1984. — 26,N11. —С.3445—3447.

### Список литературы к гл. 6

1. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. — М.: Наука, — 1982. — 392с.
2. Laue M. Röntgenstrahlinterferenzen. — Leipzig: Akad. Verl. — 1960. — 476 s.
3. Zielinska-Rohozinska E. Anomalous transmittivity in dynamical X-ray interference theory // Acta Phys.Polonica. —1965. — 27,N4. — P.587—590.
4. Zachariazen W.H. Theory of X-Ray Diffraction in Crystal. — New York: J. Wiley, Sons. — 1945.
5. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. — М.: Изд-во МГУ. — 1979. — 270 с.
6. Kato N. A note on the Darwin-Prins rocking curve for perfect crystals // Acta Cryst.(A). - 1992. — 48. — P.829—834.
7. Zhangcheng Xu., Zhao Z., Guo C. The relationship of the Pointing vector and the dispersion surface in the absorbing crystal // J.Phys.: Condens. Matter. — 1996. — 8. — P.5977—5985.
8. Holy V. X-ray reflection curve of crystals with randomly distributed microdefects in the Bragg case // Acta Cryst.(A). — 1983. — 39,N5. — P.642—646.
9. Молодкин В.Б. Динамическая теория диффузного рассеяния в кристаллах с хаотически распределенными дефектами // Металлофизика. — 1981. — 3,№4. — С.27—38.
10. Graf H.A., Schneider J.R. Pendellösung intensity — beam measurement with 0.0392 and 0.0265Å radiation in silicon // Phys. Rev. — 1986. — 34B,N12. — P.8629—8638.
11. Zhao Z., Han J., Fukamachi T., Yoshizawa M., Ehara K., Nakajima T. Application of the reflection intensity of the Bijvoet pair to the determination of anomalous scattering factors for Ga. // J. Phys.: Cond. Matter. — 1994. — 6, N6—P.1619—1626.
12. Fukamachi T., Negishi R., Yoshizawa M., Ehara K., Kawamura T., Nakajima T., Zhao Z. X-ray dynamical diffraction in Ge with a zero-real-part scattering factor // Acta Cryst.(A). — 1993. — 49, N3— P.573—575.
13. Cockerton G., Green G.S., Tanner B.K. Double crystal synchrotron X-ray diffraction study of stoichiometry in gallium arsenide // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. — 1989. — 138,N1 — P.65—71.
14. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. — М.: Иностранная литература. — 1950. — 572 с.
15. Cole H., Stemple N.R. Effect of crystal perfection and polarity on absorption edges seen in Bragg diffraction // J. Appl. Phys. — 1962. — 33,N7. — P.2227—2233.

16. *Bak-Misiuk J., Paszkowicz W., Domagala J., Miotkowska S., Zykiewich Z.R.* Determination of  $Ga_{1-x}Al_xAs$  epitaxial layers composition by X-ray intensity measurements of quasi-forbidden reflections. // *J.Cryst.Growth.* — 1993. — **126**,N1. — P.168—172.
17. *Bak-Misiuk J., Domagala J., Dynowska E., Paszkowicz W.* Composition determination of some  $A^{II}B^{VI}$  ternary semiconductors from quasi-forbidden reflection intensity // *Acta Phys. Pol. (A).* — 1994. — **86**,N4. — P.575—578.
18. *Datsenko L.I., Klád'ko V.P., Kryshtab T.G.* X-ray diffraction studies of growth defects in III-V single crystals. // *Mat.Proc.of 8<sup>th</sup> Intern. School. - Sczcyrk,* —1988. — P.59—67.
19. *Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Даценко Л.И.* Особенности рассеяния рентгеновских лучей для сверхструктурных отражений вблизи К-краев поглощения компонентов бинарных соединений на примере кристалла InSb // *Кристаллография.* — 1989. — **34**,№5. С.1083—1087.
20. *Кладько В.П., Даценко Л.И., Ткач И.И., Григорьев Д.О., Прокопенко И.В.* Особенности Лауэ-дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в монокристаллах *GaAs* в области слабых и высоких уровней поглощения. // *Металлофизика и нов. технологии.* — 1999. — **21**,№3. С.3—9.
21. *Даценко Л.И., Кладько В.П., Мельник В.М., Мачулин В.Ф.* Особенности толщинных осцилляций интенсивности при рассеянии рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения галлия для квазизапрещенных отражений // *Металлофизика и новейшие технологии.* — 1999. — **21**,№8. — С.46—54.
22. *Даценко Л.И., Кладько В.П., Мачулин В.Ф., Мельник В.М.* Динамические эффекты при дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в бинарных кристаллах с сильноотличающимися атомными формфакторами // *Поверхность.* — 2000. — №10. — С.3—8.
23. *Кладько В.П., Даценко Л.И., Мачулин В.Ф.* Вплив дефектів структури в *GaAs* на характер лауе-дифракції рентгенівських променів з довжинами хвиль, близькими до К-країв поглинання атомів підґраток // *УФЖ.* — 1999. — **44**,№9. — С.1148—1154.
24. *Кривоглаз М.А.* Дифракция рентгеновских лучей и тепловых нейтронов в неидеальных кристаллах. — Киев. Наукова думка. — 1983. — 401с.
25. *Fujimoto I.* Characterisation of stoichiometry in *GaAs* by X-Ray intensity measurements of quasi-forbidden reflections. // *Jap.J.Appl.Phys.* — 1984. — **23**,N5. — P.L287—L289.

26. *Matsuzaki T., Tomotake Y., Yajima F., Okano T.* A simple method to measure deviations from the stoichiometric composition in GaAs crystals with a 4-circle X-ray diffractometer // *Jap.J.Appl.Phys.* — 1986. — **25**,N2. — P.291—292.
27. *Batterman B.W., Cole H.* Dynamical diffraction of X-rays by perfect crystals// *Rev.of modern Phys.* — 1964. — **36**,N3. —P.681—717.
28. *Blech I.A., Meieran E.S.* Some Anomalous absorption effects on the shape of single-crystal rocking curves. // *Phys.Rev.* — 1969. — **179**,N3. — P.731—735.
29. *Gudzenko G.I., Molodkin V.B., Novitskii V.G.* Dynamical diffraction in alloys// *Phys.Stat.Sol(A).* — 1983. — **77**,N1. — P.115—121.
30. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. — Киев: Наукова думка, 1988. — 198с.
31. Мачулин В.Ф., Хрупа В.И. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабо искаженных кристаллов. — Киев: Наукова думка, 1995, — 191 с.
32. Гудзенко Г.И., Молодкин В.Б. Маятниковые решения в упорядочивающихся сплавах. // Препринт Института металлофизики АН УССР. Киев. — 1975. — 11 с.
33. *Воронков С.Н., Пискунов Д.И., Чуховский Ф.Н., Максимов С.К.* Экспериментальное исследование методом наклона особенностей динамического рассеяния при лауэвском отражении рентгеновских лучей от монокристаллов с микродефектами// *ЖЭТФ.* — 1987. — **92**,№4. — С.1099—1109.
34. Пустыльник Е.И. Статистические методы анализа и обработки результатов. — М.: Наука, — 1968. — 288 с.
35. *Pietsch U.* X-ray structure amplitudes for GaAs and InP // *Phys.Stat.Sol.(A).* — 1985. — **87**. — P.151—156.
36. *Xu Z.C., Guo C.L., Zhao Z.Y., Fukamachi T., Negishi R.* The fluorescence emission from GaAs in the Laue case near the absorption edge // *J. Alloys and Compounds.* — 1999. — **286**,N1—2. — P.265—270.
37. *Fukamachi T., Hosoya S., Kawamura T., Okunuki M.* X-ray intensity measurements on large crystals by energy - dispersive diffractometry // Preprint №760. The institute for Sol. Stat. Phys. The University of Tokyo. — 1976. —19 p.
38. *Cromer D.T.* Anomalous dispersion corrections computed from self-consistent field relativistic Dirac-Slater wave function // *Acta Cryst.* — 1965. — **18**. —P.17—23.

39. Афанасьев А.М., Чуев М.А., Имамов Р.М., Ломов А.А., Мокеров В.Г. Исследование многослойных структур на основе слоев  $GaAs-In_xGa_{1-x}As$  методом двухкристальной рентгеновской дифрактометрии // Кристаллография. — 1997. — **42**, №3. — С.514—523.
40. Olekhnovich N.M., Karpei A.L., Olekhnovich A.I., Puzenkova L.D. Effect of dislocation density on integrated intensity of X-ray scattering by silicon crystals in Laue geometry. // Acta Crystallogr.(A). — 1983. — **39**, N1. — P.116—122.
41. Белушкин А.В. Исследование систем с разупорядоченными водородными связями методом рассеяния нейтронов // Кристаллография. — 1997. — **42**, N3. — С.549—575.
42. Даценко Л.И. Нарушение закона Фриделя в упруго деформированном кристалле // Кристаллография. — 1976. — **21**, №4. — С.788—793.
43. Молодкин В.Б., Даценко Л.И., Хрупа В.И., Осинковский М.Е., Кисловский Е.Н., Кладько В.П., Осадчая Н.В. К вопросу о рентгенодифрактометрических исследованиях хаотически распределенных дислокаций в монокристаллах // Металлофизика. — 1983. — **5**, №6. — С.7—15.
44. Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М. Рентгеновская диагностика субмикронных слоев. — М.: Наука, — 1989. — 152 с.
45. Fujimoto I., Kamata N., Kobayashi K., Suzuki T. Analysis of lattice location of doped impurities in GaAs by the X-ray quasi-forbidden reflection (XFR) method // Inst.Phys.Conf.Ser.No.79: Chapter 4. — 1985. — P.199—204.
46. Бублик В.Т., Морозов А.Н., Ковальчук И.А., Грачев В.М., Попов А.Д. Природа и концентрация собственных точечных дефектов в нелегированных монокристаллах GaP, выращенных методом Чохральского из-под флюса // ЭТ. Серия 6: Материалы. — 1983. — В.5. — С.45—49.
47. Даценко Л.И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство реальных кристаллов // УФЖ. — 1979. — **24**, №5. — С.577—590.
48. Datsenko L.I., Khrupa V.I. Structure perfection diagnostics of single crystals by means of diffractometry measurements using X-ray continuous spectrum // Acta Phys. Polonica (A). — 1994. — **86**, N4. — P.579—584.
49. Zhao Z., Han J., Zhon S., Xu Z., Fukamachi T., Negishi R., Yoshizawa M., Nakajima T. Application of X-ray dynamical diffraction to strong anomalous scattering region of an atom // Physica (B). — 1995. — **216**. — P.96—102.

50. Даценко Л.И., Кладько В.П. Лауэ-дифракция рентгеновских лучей в GaAs при нулевом значении действительной части структурного фактора для квазизапрещенных отражений // Кристаллография. — 2000. — **45**, №5. — С.705—708.
51. Fukamachi T., Kawamura T. X-ray diffraction when real-part of the scattering factor is zero // Acta Cryst.(A). — 1993. — **49**. — P.384—388.
52. Hirsch P.B., Ramachandran G.N. Intensity of X-ray reflexion from perfect and mosaic absorbing crystals // Acta Cryst. — 1950. — **3**. — P.187—194.
53. Кладько В.П., Даценко Л.И., Оліховський С.Й., Мачулін В.Ф., Прокопенко І.В. Аналіз нестехіометрії і характеристик мікродфектів при дифракції рентгенівських променів по Брегу // Науковий вісник Чернівецького університету. Фізика. Електроніка — 1999. — вип.63. — С.28—36.
54. Кладько В.П., Олиховский С.И., Даценко Л.И. Влияние кулоновских дефектов и нестехиометрии в GaAs на энергетическую зависимость характеристик динамической брэгг-дифракции рентгеновских лучей // Металлофизика и новейшие технологии. 2000. — **22**, №6. — С.20—27.
55. Nemoshkalenko V.V., Molodkin V.B., Olikhovskii S.I., Kislovskii E.N., Krivitsky V.P., Len' E.G., Pervak E.V., Ice G.E., Larson B.C. Dynamical interpretation of total rocking curve in the Bragg case of X-ray diffraction by single crystals with microdefects // Препринт UNSC 2. Kyiv. — 1998. — 41 с.
56. Молодкин В.Б., Тихонова Е.А. Влияние диффузного рассеяния на эффект Бормана // ФММ. — 1967. — **24**, №3. — С.385—394.
57. Молодкин В.Б. Динамическая теория диффузного рассеяния в кристаллах с хаотически распределенными дефектами // Металлофизика. — 1981. — **3**, №4. — С.27—38.
58. Молодкин В.Б. Классификация дефектов в кристалле по их влиянию на дифракцию излучений в рамках динамической теории рассеяния. 1. Когерентное рассеяние // Металлофизика. — 1980. — **2**, №1. — С.3—23.
59. Костюк А.Н., Молодкин В.Б., Олиховский С.И. Динамическая теория дифракции рентгеновских лучей в упруго изогнутых кристаллах с микродефектами. // Препринт ИТФ-91-60Р, Институт теор. физики АН Украины. Киев, 1991. — 19 с.
60. Molodkin V.B., Olikhovskii S.I., Kostyuk A.N. Dynamical theory of X-ray diffraction by elastical bent crystal with microdefects II. Diffraction intensity // Phys.Stat.Sol.(B). — 1994. — **183**, N 1. — P.59—72.

61. *Afanas`ev A.M., Kagan Yu.* The role of lattice vibrations in dynamical theory of X-rays // *Acta Cryst.(A)*. — 1967. — **24**. — P.163—170.
62. *Larson B.C., Young F.W.* A comparison of diffuse scattering by defects measured in anomalous transmission and near Bragg reflections // *Z. Naturforsch.(A)*. — 1973. — **28**. — S.626—632.
63. *Larson B.C.* X-ray Studies of defect Clusters in Copper // *J. Appl. Cryst.* — 1975. — **8**,N2. — P.150—160.
64. *Барьяхтар В.Г., Гаврилова Е.Н., Молодкин В.Б., Олиховский С.И.* Брэгг-дифракция рентгеновских лучей в реальных поглощающих монокристаллах конечной толщины. 2. Диффузная составляющая интегральной отражательной способности и коэффициенты эффективного поглощения // *Металлофизика*. — 1992. — **14**,№11. — С.68—79.
65. *Гаврилова Е.Н., Кисловский Е.Н., Молодкин В.Б., Олиховский С.И.* Брэгг-дифракция рентгеновских лучей в реальных поглощающих монокристаллах конечной толщины. 1. Когерентная составляющая интегральной отражательной способности // *Металлофизика*. — 1992. — **14**,№3. — С.70—76.
66. *Барьяхтар В.Г., Немошкаленко В.В., Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Гаврилова Е.Н., Кисловский Е.Н., Кочелаб В.В., Низкова А.И.* Брэгг-дифракция в реальных поглощающих монокристаллах конечной толщины. 3. Полная интегральная отражательная способность // *Металлофизика*. — 1993. — **15**,№12. — С.18—26.
67. *Немошкаленко В.В., Молодкин В.Б., Кисловский Е.Н., Козут М.А., Низкова А.И., Гаврилова Е.Н., Олиховский С.И.* Брэгг-дифракция рентгеновских лучей в реальных поглощающих кристаллах конечной толщины. 4. Экспериментальные исследования энергетических и азимутальных зависимостей отражательной способности // *Металлофизика и новейшие технологии*. — 1994. — **16**,№2. — С.48—51.
68. Молодкин В.Б., Немошкаленко В.В., Низкова А.И., Олиховский С.И., Первак Е.В. Интегральная рентгеновская дифрактометрия несовершенных монокристаллов при совместном использовании геометрий дифракции по Лауэ и Брэггу, а также жесткого и мягкого рентгеновских излучений. // *Препринт UNSC 1. Киев*. — 1998. — 30 с.
69. *Кладько В.П.* Механізм формування структурної неоднорідності в монокристалах  $A^3B^5$  та її вплив на інтегральну інтенсивність квазізаборонених рефлексів // *УФЖ*. — 1997. — **42**,№9. — С.1102—1104.

70. Кривоглаз М.А. Диффузное рассеяние рентгеновских лучей и нейтронов на флуктуационных неоднородностях в неидеальных кристаллах. — Киев: Наукова думка. — 1984. — 288 С.
71. Mücklich F., Oettel H., Petzow G. Realstruktur von Einkristallen und die Intensitäten von Braggreflexen // Z. Metallkd. — 1993. — **84**,N6. — S.419—425.
72. Mücklich F., Oettel H. Measurement of harmonic reflections - An X-ray method for real structure analysis of semiconducting compounds // Phys. Stat. Sol.(A). — 1992. — **129**, N2— P.323—335.
73. De Marco J.J., Weiss R.J. The integrated intensities of perfect crystals // J. Appl. Phys. — 1962. — **33**,N9. — P.2907—2908.
74. Klad'ko V.P., Grigoriev D.O., Datsenko L.I., Machulin V.F., Prokopenko I.V. Influence of absorption level on mechanism of Bragg-diffracted X-ray beam formation in real silicon crystals // Semicond. Phys., Quantum Electronics and Optoelectronics. — 1999. — **2**,N1. — P.146—151.
75. Ice G.E., Sparks C.J., Habenschuss A. Anomalous X-ray scattering measurement of near-neighbor individual pair displacements and chemical order in  $\text{Fe}_{22.5}\text{Ni}_{77.5}$  // Phys. Rev. Lett. — 1992. — **68**,N6. — P.863—866.
76. Reinhard L., Robertson J.L., Moss S.C., Ice G.E., Zschack P., Sparks C.J. Anomalous X-ray- scattering study of local order in bcc  $\text{Fe}_{0.53}\text{Cr}_{0.47}$  // Phys. Rev. (B). — 1992. — **45**,N6. — P.2662—2676.
77. Даценко Л.И., Кладько В.П., Маннинен С., Молодкин В.Б. Рентгенодифракционная диагностика дефектной структуры и композиционного состава бинарных кристаллов. // Металлофизика и новейшие технологии. — 2002. — **24**, №5. — С.597-615.



### Список литературы к гл. 7

1. Zachariazen W.H. Theory of X-Ray Diffraction in Crystal. — New York: J. Wiley&Sons. — 1945. — 255 С.
2. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. — М.: МГУ. — 1972, — 246с.
3. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. — Москва: Наука, 1982. — 392с.
4. Каули Дж. Физика дифракции. — Москва: Мир. 1979. — 367 с.
5. Афанасьев А.М., Захаров Б.Г., Имамов Р.М. Исследование тонких кристаллических слоев полупроводниковых материалов // Электронная промышленность. — 1980. — №11-12. — С.47—55.
6. Ковальчук М.В., Кон В.Г. Рентгеновские стоячие волны — новый метод исследования структуры кристаллов // УФН — 1986. — **149**,№1. — С.69—103.
7. Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М. Рентгеновская структурная диагностика в исследовании приповерхностных слоев монокристаллов. — 1986. М.: Наука. — 157 с.
8. Пинскер З.Г. Дифракция электронов. — Изд-во АН СССР. — 1949. — 139 с.
9. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. — М.: Иностранная литература. — 1950. — 572 с.
10. Authier A. Angular dependence of the absorption-induced nodal plane shifts of X-ray stationary waves // Acta Cryst. — 1986 — **A42**, N3 — P.414—426.
11. Bedzyk M.J., Materlik G. Two-beam dynamical diffraction solution of the phase problem: a determination with X-ray standing-wave fields // Phys. Rev. (B). — 1985. — **35**,N10. — P.6456—6463.
12. Bedzyk M.J., Materlik G., Kovalchuk M.V. X-ray standing-wave-modulated electron emission near absorption edges in centrosymmetric and nonstoichiometric crystals // Phys.Rev.B. —1984. — **B30**,N5. — P.2453—2461.
13. Xu Z.C., Guo C.L., Zhao Z.Y., Fukamachi T., Negishi R. The fluorescence emission from GaAs in the Laue case near the absorption edge // J. Alloys and Compounds. — 1999. — **286**,N1-2. — P.265—270.
14. Negishi R., Fukamachi T., Kawamura T. X-ray standing wave as result of only the imaginary part of the atomic scattering factor // Acta Cryst. (A). — 1999. — **55**. — P.267—273.

15. *Negishi R., Fukamachi T., Yoshizawa M., Zhou S., Xu Z., Kawamura T., Matsumoto I., Sakamaki T., Nakajima T.* Observation of Phase Change of X-Ray Polarizability by Rocking Curves in the Bragg Case // *J. Appl. Cryst.* — 1998. — **31**, N2 — P.351—355.
16. *Trucano P.* Use of dynamical diffraction effects on X-ray fluorescence to determine the polarity of GaP single crystals // *Physical Review (B).* — 1976. — **13**, N6. — P.2524—2531.
17. *Тагиров И.Р., Щемелев В.Н., Паук С.А.* Рентгеновский фотоэффект и отражение от совершенных кристаллов германия вблизи К-края поглощения // *ФТТ.* — 1981. — **23**, №9. — С.2732—2738.
18. *Kruglov M.V., Shchemelev V.N., Kareva G.G.* Detection of atomic plane displacement in near-surface layers of crystals using the angular dependence of photoemission during Bragg diffraction of X-rays // *Phys. Stat. Sol.* — 1978. — **46**, N1. — P.343—349.
19. *Тагиров И.Р., Щемелев В.Н., Захаров Б.Г.* Рентгеновский фотоэффект и отражение из полярных (111) и (111) граней кристаллов *GaAs* вблизи К-краев поглощения // *ФТТ.* — 1982. — **24**, №1. — С.86—93.
20. *Batterman B.W., Cole H.* Dynamical diffraction of X-rays by perfect crystals // *Rev. of modern Phys.* — 1964. — **36**, N3. — P.681—717.
21. *Круглов М.В.* Метод стоячих рентгеновских волн — экспериментальные аспекты и конкретные исследования нарушений структуры. // *Матер. Всесоюзного совещания “Проблемы рентгеновской диагностики несовершенства в кристаллах”.* — Ереван: Изд-во Ереван. Ун-та, 1985. — С.3—25.
22. *Cole H., Stemple N.R.* Effect of crystal perfection and polarity on absorption edges seen in Bragg diffraction. // *J. Appl. Phys.* — 1962. — **33**, N7. — P.2227—2233.
23. *Бушуев В.А., Кузьмин Р.Н.* Вторичные процессы в рентгеновской оптике. — 1990. — Москва: МГУ. — 111 с.
24. *Batterman B.W.* Effect of dynamical diffraction in X-ray fluorescence scattering // *Phys. Rev. (A).* — 1964. — **133**, N3. — P.759—764.
25. *Афанасьев А.М., Кон В.Г.* Внешний фотоэффект при дифракции рентгеновских лучей в кристаллах с нарушенным поверхностным слоем // *ЖЭТФ.* — 1978. — **74**, №1. — С.300—314.
26. *Ковальчук М.В.* Метод стоячих рентгеновских волн в исследовании структуры приповерхностных слоев полупроводников – Автореферат дисс. Док-ра физ.-мат. Наука — Москва, — 1987. — 41 С.

## Список литературы к гл. 8.

1. Хрупа В.И., Даценко Л.И. Рассеяние рентгеновских лучей тонкими реальными кристаллами кремния // ФТТ. — 1982. — 24, №3. — С.950—952.
2. Лидер В.В., Чуховский Ф.Н., Рожанский В.Н. Эффект экстинкции при динамическом рассеянии рентгеновских лучей в кристаллах Ge, содержащем дислокационные петли // ФТТ. — 1977. — 19, №1. — С.65—71.
3. Authier A. Contrast of dislocation images in X-ray transmission topography // Adv. X-Ray anal. — 1967. — 10. — P.9—31.
4. Dederichs P.H. Effect of defect clustering on anomalous X-ray transmission // Phys. Rev. B. — 1970. — 1, N4. — P.1306—1317.
5. Даценко Л. И., Кладько В. П., Кисловский Е. Н., Хрупа В.И. Рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения в тонких монокристаллах бинарных полупроводников // Кристаллография. — 1984. — 29. — №6. — С. 1066—1071.
6. Chuchovskii F.N., Petrashen' P.N. General dynamical theory of the X-ray Laue diffraction from a homogeneously bent crystal // Acta Cryst. — 1977. — 33A, N2. — P.311—319.
7. Даценко Л.И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство реальных кристаллов // УФЖ. — 1979. — 24, №5. — С. 577—590.
8. Кривоглаз М.А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. Москва: Наука, 1967. С. 336.
9. Кладько В. П., Гуреев А.Н., Даценко Л. И., Фомин А.В., Курбанов К.Р. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах CdTe с макровыделениями фаз теллура и кадмия // Кристаллография. — 1987. — 32, №5. — С. 1202—1204.
10. Скорород М.Я., Даценко Л.И., Гуреев А.Н., Васильковский А. С. Исследование совершенства кристаллов однокристалльным спектрометром в случае лауэ-дифракции // УФЖ. — 1970. — 15, №5. — С.787—795.
11. Haring I. P., Werthen J. P., Babe R. H. Study of cleaved, oxidized, etched and heat-treated CdTe surfaces // J. Vac. Sci. and Technol. — 1983. — 1. — P.1469—1472.
12. Patterson M. H., Williams R. H. Surface Layers on CdTe // J. Phys. D. — 1978. — 11. — P.L83—L86.
13. Datsenko L.I., Gureev A.N., Korotkevich N.F., Soldatenko N.N., Tkhorik Yu.A. Crystalline structure of Germanium films on silicon substrate. I. Investigation of the perfection of germanium heteroepitaxial films on silicon by X-ray diffraction method // Thin Sol. Films. — 1971. — 7, N2. — P.117—126.

14. *Захаров Б.Г.* Влияние степени совершенства Ge и GaAs на скачок интегральной интенсивности на К-крае поглощения // Кристаллография. — 1966. — **11**,№2. — С.227—235.
15. *Batterman B.W., Cole H.* Dynamical diffraction of X-rays by perfect crystals // Rev. of modern Phys. — 1964. — **36**,N3. — P.681—717.
16. *Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Даценко Л.И.* Особенности рассеяния рентгеновских лучей для сверхструктурных отражений вблизи К-краев поглощения компонентов бинарных соединений на примере кристалла InSb // Кристаллография. — 1989. — **34**,№5. — С.1083—1087.
17. *Laue M.* Röntgenstrahlinterferenzen. — Leipzig: Akad.Verl. — 1960. — 476 s.
18. *Zielinska-Rogozinska E.* Anomalous transmittivity in dynamical X-ray interference theory. // Acta Phys. Polonica. — 1965. — **27**,N4. — P.587—590.
19. *Даценко Л.И., Кладько В.П., Мельник В.М., Мачулин В.Ф.* Особенности толщинных осцилляций интенсивности при рассеянии рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения галлия для квазизапрещенных отражений. // Металлофизика и новейшие технологии. — 1999. — **21**,№8. — С.46—54.
20. *Даценко Л.И., Кладько В.П., Мачулин В.Ф., Мельник В.М.* Динамические эффекты при дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в бинарных кристаллах с сильноотличающимися атомными формфакторами // Поверхность. — 2000. — №10. — С.3—8.
21. *Кладько В.П., Даценко Л.И., Мачулин В.Ф.* Вплив дефектів структури в GaAs на характер лауе-дифракції рентгенівських променів з довжинами хвиль, близькими до К-країв поглинання атомів підґраток //УФЖ. — 1999. — **44**,№9. — С.1148—1154.
22. *Datsenko L.I., Klad'ko V.P., Machulin V.F., Manninen S., Prokopenko I.V.* Dynamical scattering of X-Ray by real crystals and problem of point defects //In “Theory and computation for synchrotron radiation spectroscopy”. AIP Conference Proc., 514, (edit. M.Benfatto, C.R.Natoli). — 1999. — P.153—161.
23. *Fujimoto I.* Characterization of stoichiometry in GaAs by X-Ray intensity measurements of quasi-forbidden reflections // Jap.J.Appl.Phys. — 1984. — **23**, N5. — P.L287—L289.
24. *Matsuzaki T., Tomotake Y., Yajima F., Okano T.* A simple method to measure deviations from the stoichiometric composition in GaAs crystals with a 4-circle X-ray diffractometer // Jap. J. Appl. Phys. —1986. —**25**, N2. — P.291—292.
25. *Кладько В.П.* Аналіз нестехіометрії GaAs при вимірюваннях інтенсивності квазізаборонених рефлексів поблизу К-країв поглинання. // УФЖ. — 1997. — **42**,№7.

- С.894—897.
26. *Klad'ko V.P., Datsenko L.I., Bak-Misiuk J., Zykiewicz Z., Maksimenko Z.V.* Microdefects and nonstoichiometry level in GaAs:Si/GaAs films grown by liquid phase epitaxy method // *J. Alloys and Compounds*. — 2001. — **328**, N1-2. — P.218—221.
  27. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. — Киев: Наук. думка, 1988. — 198 с.
  28. Мачулин В.Ф., Хрупа В.И. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабо искаженных кристаллов. — Киев: Наук. думка, 1995, — 191 с.
  29. *Бублик В.Т., Щербачев К.Д.* Микродефекты в нелегированных монокристаллах GaAs, выращенных из расплавов с разным отклонением от стехиометрии. // *Кристаллография*. — 1994. — **39**, №6. — С.1105—1111.
  30. Lanno M., Bourgoin J. Points defects in Semiconductors I. — Berlin: Springer Verlag, 1981. — 263 p.
  31. *Terashima K., Nishio J., Okada A., Washizuna S., Watanabe M.* Stoichiometry of undoped LEC GaAs // *J. Cryst. Growth*. — 1986. — **79**. — P.463—468.
  32. *Chen N.F., He H., Wang Y., Lin L.* Stoichiometry defects in semi-insulating GaAs. // *J. Cryst. Growth*. — 1997. — **173**, N3 — P.325—329.
  33. *Charniy L.A., Morozov A.N., Bublik V.T., Scherbachev K.D., Stepansova I.L., Kaganer V.M.* Study of microdefects and their distribution in dislocation-free Si-doped HB GaAs by X-ray diffuse scattering on triple-crystal diffractometer // *J. Cryst. Growth*. — 1992. — **118**, N2 — P.163—175.
  34. *Frigerio G., Mucchino C., Weyhev J.L., Zanotti L., Paorici C.* Dislocations and microdefects in LEC-grown silicon-doped gallium arsenide crystals // *J. Cryst. Growth*. — 1990. — **99**, N1 — P.685—691.
  35. *Fujimoto I., Kamata N., Kobayashi K., Suzuki T.* Analysis of lattice location of doped impurities in GaAs by the X-ray quasi-forbidden reflection (XFR) method // *Inst.Phys.Conf.Ser.No.79: Chapter 4*. — 1985. — P.199—204.
  36. *Fujimoto I.* Structural aspects of non-stoichiometry and heavy doping of GaAs. // *Materials Science and Engineering*. — 1992. — **B14**. — P.426—438.
  37. *Klad'ko V.P., Datsenko L.I., Maksimenko Z.V., Lytvyn O.S., Prokopenko I.V., Zykiewicz Z.* Structural and composition irregularities in GaAs:Si/GaAs films grown by liquid-phase epitaxy // *Semicond. Phys., Quantum Electron. & Optoelectron*. — 2000. — **3**, N3. — P.343—348.
  38. Тхорик Ю.А., Хазан Л.С. Пластическая деформация и дислокации несоответствия в

- гетероэпитаксиальных системах. — Киев: Наук. думка. — 1983. — 304 с.
39. Datsenko L.I., Klad'ko V.P., KryshTAB T.G. X-ray diffraction studies of growth defects in III-V single crystals // Mat.Proc.of 8<sup>th</sup> Intern. School. — Szczyrk, — 1988. — P.59-67.
40. Hönl H. Atomfaktor für Röntgenschtralen als Problem der Dispersionstheorie (K-Schale) // Ann. Phys. — 1933. — **18**,N6. — S.625—655.
41. Молодкин В.Б., Кладько В.П., Гуреев А.Н., Гудзенко Г.И., Даценко Л.И. Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения компонентов. // Металлофизика — 1984. — **5**,№3. — С.103—106.