

**ИЗУЧЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ ИСКАЖЕНИЙ  
ПОДРЕШЕТОК In И Sb  
В АНТИМОНИДЕ ИНДИЯ ПРИ ДИФРАКЦИИ  
РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ВБЛИЗИ К-КРАЕВ  
ПОГЛОЩЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ**

*Развиты теоретические основы и экспериментальный метод раздельного определения  $\Theta_D$  и  $\langle u_s^2 \rangle$  для каждой из подрешеток сложных полупроводниковых соединений при измерении интегральных интенсивностей с длинами волн вблизи К-краев поглощения. Это удалось сделать благодаря использованию свойств аномальной дисперсии, заключающихся в равенстве  $f_{\text{н}}$  для  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , а следовательно, и добавок к интерференционному коэффициенту поглощения, описывающих потери за счет термодиффузного рассеяния. Получены значения  $\Theta_D$  и  $\langle u_s^2 \rangle$  для подрешеток In и Sb в соединении InSb. Дан анализ полученных данных и точности их определения.*

Влияние температуры на динамическое рассеяние рентгеновских лучей (ДРРЛ), как известно, 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 [1].

Существующие рентгенодифракционные методы измерения  $\Theta_D$  не дают возможности прямого определения значений этих параметров для каждой из подрешеток сложных соединений с достаточной точностью из-за неоднозначности учета поправок на термодиффузное рассеяние [2, 3].

В этой связи цель данной работы — разработка и апробация метода, свободного от указанного выше недостатка, для раздельного определения дебаевских температур и  $\langle u_s^2 \rangle$  для каждой из подрешеток сложных полупроводниковых соединений.

**Теоретические основы метода.** Для структурных отражений в кристаллах стехиометрического состава интерференционный коэффициент поглощения (ИКП)  $\mu_i(\mathbf{h})$  при аномальном прохождении рентгеновских лучей (АПРЛ) можно при пренебрежении термодиффузным рассеянием представить согласно [4] в виде

$$\mu_i(\mathbf{h}) = \frac{\mu_A}{\cos \theta} = [1 - C \epsilon_A(\mathbf{h}) e^{-M_1^A(\mathbf{h})}] + \frac{\mu_B}{\cos \theta} [1 - C \epsilon_B(\mathbf{h}) e^{-M_2^B(\mathbf{h})}], \quad (1)$$

где  $\mu_A$  и  $\mu_B$  — нормальные коэффициенты фотоэлектрического поглощения компонентов  $A$  и  $B$  соответственно,  $\theta$  — угол Брэгга,  $C$  — поляризационный множитель,  $\epsilon_A(\mathbf{h})$ ,  $\epsilon_B(\mathbf{h})$  — 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,  $\mathbf{h}$  — вектор рассеяния структурного отражения.

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

$$\mu_i(\mathbf{h}) \cos \theta = \mu_A M_1^A(\mathbf{h}) + \mu_B M_2^B(\mathbf{h}). \quad (2)$$

Таким образом, в этом случае эффективный ИКП соединения зависит только от величины 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 позво-

лить при использовании для каждой из этих длин волн формулы (2) определить раздельно  $M_1^A$  и  $M_2^B$ . Однако практическая реализация указанной возможности существенно осложняется в таком случае необходимостью учета в формулах (1) и (2) поправок, связанных с эффективным поглощением, обусловленным тепловым диффузным рассеянием на фононах. Эта трудность устраняется при использовании экспериментальной методики [5], основанной на измерениях толщинных зависимостей логарифмов отношения  $S = \frac{i_2}{i_1}$  ИИ для двух длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ .

Это можно сделать, используя 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  $\mu_{TDS} \sim f_{rh}^2$  на основании [2], 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

$$A^\alpha(h) = \Delta\mu_A \frac{1}{\cos \theta} M_1^A(h) \delta_{\alpha,A} + \Delta\mu_B \frac{1}{\cos \theta} M_2^B(h) \delta_{\alpha,B}, \quad (3)$$

где  $\Delta\mu_A$  и  $\Delta\mu_B$  — скачки нормальных коэффициентов фотоэлектрического поглощения соответственно для компонентов  $A$  и  $B$  вблизи их  $K$ -краев,  $\delta$  — символ Кронекера, индекс  $\alpha$  параметра  $A^\alpha(h)$  равен  $A$  или  $B$ , если исследуемый скачок вблизи  $K$ -края атомов сорта  $A$  или  $B$  соответственно. В каждом из этих случаев в формуле (3) фактически остается отличным от нуля только одно слагаемое, что и позволяет раздельно определить параметры  $M_1^A$  и  $M_2^B$ .

**Экспериментальная часть.** Измерение ИИ проводилось на однокристалльном спектрометре (ОКС) вблизи  $K$ -краев поглощения  $\text{In}$  и  $\text{Sb}$  по методике, описанной авторами [6]. Температурные измерения проводились также по методике [6], но с использованием температурных приставок для гониометра ГУР-4, аналогичных [7]. Структурное совершенство образцов контролировалось методами рентгеновской топографии. Исследуемый интервал толщин составлял 375—3080 мкм. Для повышения точности определения  $\Theta_D$  и  $\langle u_s^2 \rangle$  измерения проводились при шести фиксированных температурах. В этом температурном интервале влияние ангармонизма колебаний решеткой можно считать малым. Температура поддерживалась с точностью не хуже  $\pm 2$  К. Толщина кристаллов изменялась с помощью химического травления. В работе использовалось симметричное отражение 220, входная поверхность образцов (111). Проверка отсутствия влияния термоградиентов и механических деформаций на интенсивность АПРЛ проводилась с использованием 220 и  $\bar{2}20$  рефлексов. Влияние кратных гармоник исключалось подбором соответствующих значений напряжения на трубке. Нормальные коэффициенты фотоэлектрического поглощения определены в независимом эксперименте.

**Результаты эксперимента и их обсуждение.** Экспериментальные зависимости  $\ln S = f(t)$  для шести указанных температур, измеренные при Лауэ-дифракции вблизи  $K$ -краев поглощения  $\text{In}$  и  $\text{Sb}$  (рис. 1), 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:

$$I = \frac{I_0}{2} \left\{ \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} (1 - e^{-M}) + y_i \right] + \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} (1 - \cos 2\theta e^{-M}) + y_i \cos 2\theta \right] \right\}, \quad (4)$$

где  $y_i$  — содержит множители интенсивности, зависящие от действительной части структурного фактора [8]. Ограничиваясь первым при-

близием разложения формулы (4) по малому параметру  $\beta = (1 - \cos 2\theta)$  и проводя несложные преобразования, получим

$$I = I_0 \exp \left[ -\frac{\mu t}{\gamma} + \left( \frac{\mu t}{\gamma} \varepsilon e^{-M} + y_i \right) \left( 1 - \frac{\beta}{2} \right) \right]. \quad (5)$$

В дальнейшем для обработки экспериментальных результатов использовались эти уточненные, по сравнению с (2), (3), формулы для ИИ (5).

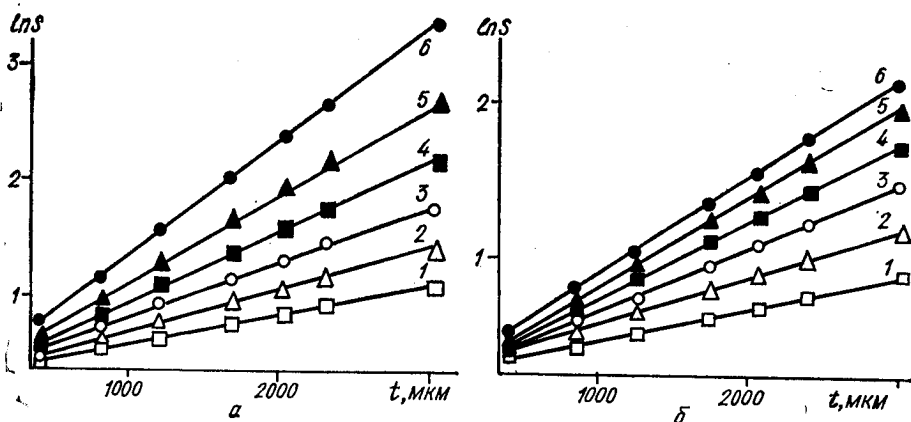


Рис. 1. Зависимости  $\ln S = f(t)$  для шести температур вблизи К-краев поглощения In (а) и Sb (б) соединения InSb: 1 — 122, 2 — 196, 3 — 240, 4 — 298, 5 — 346, 6 — 400 К.

Линейность зависимостей  $A_i = f(T)$ , приведенных на рис. 2, свидетельствует о том, что в данном температурном интервале  $\Theta_D$  является практически постоянной величиной.

Полученные в нашей работе величины дебаевских температур и среднеквадратичных смещений составляют:  $\Theta_D = 159 \pm 3$  К,  $\Theta_D = 150 \pm \pm 3$  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 величины определяемых экспериментально параметров [9]. Однако трудность экспериментального определения указанных поправок заключается в малости этих величин, сравнимых с ошибками экспериментальных измерений. Сделав аналогично [10, 11] предположение о линейности зависимости  $\mu_{TDS} = f(T)$ , авторы настоящей работы рассчитали эти добавки для трех длин волн (см. таблицу). Анализ полученных данных показывает, что  $\mu_{TDS}$  существенно зависит от длины волны, что подтверждает ранее полученные теоретические и экспериментальные результаты. Поскольку ошибка в определении  $A$  не превышала  $0,2$  см<sup>-1</sup>, то погрешность определения  $\mu_{TDS}$  также не может существенно превышать это значение.

Температурные зависимости  $\mu_{TDS}$  для разных длин волн

Т, К	$\lambda_K = 0,04439$ нм		$\lambda_K = 0,04066$ нм		$\lambda_{K\alpha} = 0,071$ нм
	1 $\mu_{TDS} \cdot \text{см}^{-1}$	2 $\mu_{TDS} \cdot \text{см}^{-1}$	1 $\mu_{TDS} \cdot \text{см}^{-1}$	2 $\mu_{TDS} \cdot \text{см}^{-1}$	
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
Ошибка	$\pm 0,13$		$\pm 0,2$		0,01

Имеющиеся в литературе данные по результатам определения  $\Theta_D$  для соединений InSb обладают значительным разбросом:  $\Theta_D = 103$  K [12] —  $\Theta_D = 180$  K [13]. По-видимому, одной из причин такого разброса значений служит отсутствие единой методики учета величин  $\mu_{TDS}$ .

Несмотря на то обстоятельство, что само понятие дебаевской температуры в сложных кристаллах в некотором смысле носит формальный характер, по-видимому, имеет смысл введение «эффективной» дебаевской температуры для каждой из подрешеток соединения.

Точность определения величины влияния тепловых колебаний на явление АПРЛ при использовании значений  $\Theta_D$  для

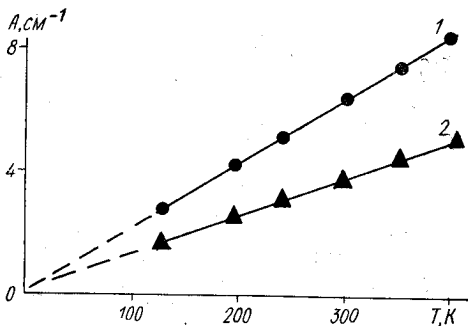


Рис. 2. Температурный ход коэффициентов  $A_i$  (тангенсов углов наклонов зависимостей  $\ln S = At + B$ ) для атомов In (1) и Sb (2).

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 нашем случае проводились с использованием одной рентгеновской трубки и одного рефлекса. Измерения вблизи  $K$ -краев поглощения дали возможность избавиться от трудно учитываемого параметра  $\mu_{TDS}$ , который здесь учитывается автоматически. Это еще раз говорит 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.

1. Розов В. В., Сирота Н. Н. Динамические смещения атомов в решетках фосфидов In и Ga.— В кн.: Химическая связь в полупроводниках и твердых телах. Минск: Наука и техника, 1965, с. 180—183.
2. Ajanas'ev A. M., Kagan Yu. The role of lattice vibrations in dynamical theory of X-rays.— Acta crystallogr. A, 1967, 24, N 1, p. 163—170.
3. Sano H., Ohtaka K., Ohtsuki Y. Normal and abnormal absorption coefficients of X-rays.— J. Phys. Soc. Jap., 1969, 27, N 5, p. 1254—1261.
4. Gudsenko G. I., Molodkin V. B., Novitskii V. G. Dynamical diffraction in alloys.— Phys. status solidi. A, 1983, 77, N 1, p. 115—120.
5. Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство реальных кристаллов.— УФЖ, 1979, 24, № 5, с. 577—590.
6. Исследование совершенства кристаллов однокристалльным спектрометром в случае Лауэ-дифракции / М. Я. Скороход, Л. И. Даценко, А. Н. Гуреев, А. В. Васильковский.— УФЖ, 1970, 15, № 5, с. 789—797.
7. Гуреев А. Н., Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на тепловых колебаниях решетки вблизи  $K$ -края поглощения германия.— УФЖ, 1975, 20, № 1, с. 72—77.
8. 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.
9. Ludewig J. Bestimmung der Röntgen-Debye Temperatur aus dem Borrmann-Effekt in Germanium.— Z. Naturforsch. A, 1973, 28, N 7, S. 1204—1213.
10. Efimov O. N. Contribution of thermal vibrations to the anomalous transmission of X-rays.— Phys. status solidi, 1967, 22, N 1, p. 297—308.
11. Кютт Р. Н., Ефимов О. Н. Температурная зависимость аномального прохождения рентгеновских лучей в кремнии.— ФТТ, 1969, 11, № 2, с. 283—289.
12. 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.
13. Температурная зависимость среднеквадратичных смещений атомов в подрешетках некоторых полупроводниковых соединений типа  $A^3B^5$  / М. Г. Шумский, В. Т. Бублик, С. С. Горелик, М. А. Гуревич.— Кристаллография, 1971, 16, № 4, с. 779—783.