

УДК 548.4+548.734

Л. И. Даценко, Т. Г. Крыштаб,
В. П. Кладько, Е. Н. Кисловский, В. И. Хрупа

РЕНТГЕНОДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНОГО СОВЕРШЕНСТВА СИЛЬНО ПОГЛОЩАЮЩИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Интегральную (усредненную по объему) оценку структурного совершенства реальных монокристаллов можно получить с помощью рентгеновских дифрактометрических методов, основанных на анализе интенсивностей рассеяния I_R рентгеновских лучей (РЛ) при дифракции их в геометрии Лауэ [1]. Если концентрация дефектов кристаллической решетки невелика (в случае дислокаций плотностью $\rho_d \ll \ll 10^4 \text{ см}^{-2}$), параметры структурного совершенства образцов можно определить по толщинной зависимости $\ln I_R$, которая в условиях существования эффекта Бормана ($\mu t > 10$, μ — нормальный коэффициент поглощения, t — толщина образца) является линейной [1]. Однако при высокой концентрации дефектов ($\rho_d > 10^4 \text{ см}^{-2}$) эффект Бормана подавлен ($I_R = 0$), что не позволяет получить количественные характеристики структурного совершенства кристаллов указанным методом.

В [2, 3] разработан дифрактометрический метод определения плотности дислокаций в интервале $\rho_d = 10^3 \div 10^7 \text{ см}^{-2}$, основанный на анализе прироста ΔI_R интенсивностей брэгговских отражений в искаженных кристаллах по сравнению с интенсивностями брэгговских отражений I_R^c совершенных образцов. Авторы указанных работ исходили из феноменологической модели рассеяния РЛ кристаллами с хаотически распределенными дислокациями, предполагающей, что сильно искаженные участки решетки, окружающие дислокации, рассеивают РЛ по законам кинематической теории. Радиус r цилиндрической области сильных искажений в этой модели определяется из условия, что вариация угла Брэгга θ , связанная с деформацией решетки вокруг дислокации, на границе этой области равна полуширине кривой дифракционного отражения совершенного кристалла.

Поэтому в рамках данных представлений значение ΔI_R обусловлено кинематической компонентой i_k , пропорциональной относительной объемной доле искаженной решетки α и кинематической рассеивающей способности единицы объема Q . Полученные в [2, 3] результаты свидетельствуют об удовлетворительном описании закономерностей рассеяния РЛ дислокационными образцами в геометрии Брэгга в рамках указанной модели.

Аналогичные представления о кинематическом «канале» рассеяния обсуждались ранее и в случае дифракции РЛ в геометрии Лауэ [4, 5]. В [4], в частности, показано, что сильно искаженные участки решетки вблизи ядра дислокаций, которые в первом приближении можно описать структурой идеально-мозаичного кристалла, в процессе рассеяния проявляются в виде локального кинематического всплеска интенсивности дифрагированных пучков. Суммарный же вклад i_k в I_R набирается аддитивно от всех дефектов [5]. Значения I_R резко возрастают при увеличении степени искажений решетки и уменьшении уровня поглощения (параметра μt) [6], особенно в том случае, когда ширина падающего рентгеновского пучка значительно превышает экстинкционную длину Λ используемого отражения [7].

Из вышесказанного следует, что для исследования структурного совершенства сильно искаженных монокристаллов перспективно применение дифрактометрического метода, основанного на анализе ΔI_R . При $\mu t \ll 1$ значения $\Delta I_R^{\text{теор}}$, рассчитанные в рамках указанных представлений, могут быть описаны следующим приближенным выра-

жением:

$$\Delta I_R^{\text{теор}} \approx i_k = \frac{\pi}{3} r^2 \rho_d Q \frac{t}{\cos \theta} \exp\left(-\frac{\mu t}{\cos \theta}\right), \quad (1)$$

где $\pi r^2 \rho_d / 3 = \alpha$. Множитель $1/3$ появляется из-за усреднения направленных векторов Бюргера.

Реализация условия $\mu t \ll 1$ для сильно поглощающих кристаллов (InSb, CdSb, CdTe), даже при использовании жестких характеристических излучений (MoK_α , AgK_α), не только требует приготовления геометрически тонких ($t = 30 \div 50$ мкм) образцов, но и встречает принципиальные физические трудности, связанные с тем обстоятельством, что для основных типов отражений экстинкционная Λ и абсорбционная $1/\mu$ длины соизмеримы. Следовательно, характер рассеяния РЛ такими образцами в целом становится кинематическим. В результате структурные дефекты не могут быть обнаружены дифракционными методами, основанными на анализе изменения интенсивностей динамических максимумов.

Одним из путей преодоления этой трудности является переход в область промежуточных толщин кристаллов ($1 < \mu t < 10$), где $t \gg \Lambda$, а прирост интенсивности за счет кинематической компоненты согласно [5] может существенно, вплоть до $\mu t = 3$, превышать вклад динамической компоненты. Закономерности рассеяния РЛ реальными кристаллами в области промежуточных толщин образцов, однако, практически не изучены. Поэтому цель настоящей работы заключалась: 1) в экспериментальном исследовании характера изменений интенсивностей дифракционных пучков в области промежуточных толщин ($\mu t = 1 \div 3$) сильно поглощающих материалов и в проверке границ применимости указанной феноменологической модели рассеяния РЛ кристаллами с дислокациями; 2) в оценке структурного совершенства таких кристаллов по величине $\Delta I_R^{\text{экс}}$, определяемой при измерениях однокристалльным (ОКС) и двукристалльным (ДКС) спектрометрами.

Объектами дифрактометрических исследований являлись монокристаллы InSb и CdTe, содержащие дислокации, возникающие в процессе их роста. Значения ρ_d предварительно контролировались методами рентгеновской топографии и избирательного травления (ИТ). Значения I_R измерялись ДКС и ОКС (MoK_α -излучение, отражение типа 220). В случае измерения ОКС измерялись также интенсивности вблизи K -краев поглощения компонентов по известной методике [8]. Из-за отсутствия совершенных кристаллов CdTe в качестве монохроматора ДКС использовались бездислокационные кристаллы InSb, поскольку параметры решеток этих веществ практически одинаковы. Толщина образцов выривалась методом наклона их вокруг оси, перпендикулярной отражающим плоскостям [9]. Маятниковые осцилляции значительной I_R , которые, как известно, наблюдаются в случае совершенных [10] и реальных [6] кристаллов при использовании указанного метода варьирования толщины, в нашем случае отсутствовали из-за применения широких (порядка $0,5 \times 0,5$ мм) неполяризованных первичных рентгеновских пучков.

Значения $\Delta I_R^{\text{экс}}$ при варьировании μt определялись по соотношению $\Delta I_R^{\text{экс}} = I_R^{\text{экс}} - I_R^c$. При измерениях обоими указанными спектрометрами во всем интервале толщин образцов InSb в пределах ошибки измерений интенсивностей (порядка 3%) наблюдалось совпадение экспериментальных и расчетных (по формуле (4.126) из [11] для идеального кристалла) значений I_R^c . В случае CdTe использовались только расчетные значения I_R^c . Отметим, что при расчете I_R^c для «неискаженной» матрицы (вне участков сильных искажений радиусом r) в первом приближении применима формула рассеяния идеальным кристаллом, поскольку оценки статического фактора Дебая — Валлера

e^{-L} для дислокаций, выполненные в [12] при $\rho_d \sim 10^5 \text{ см}^{-2}$, дают значение $e^{-L} \rightarrow 1$.

Результаты измерений и расчетов ΔI_R ($\Delta I_R^{\text{эксп}}$ и $\Delta I_R^{\text{теор}}$), а также плотности дислокаций, вычисленные по этим значениям, приведены в таблице. Прежде всего необходимо отметить, что в целом наблюдается удовлетворительная корреляция значений $\Delta I_R^{\text{эксп}}$, измеренных ДКС и ОКС. В случае измерения ОКС, однако, абсолютный прирост интенсивностей дифрагированных РЛ несколько выше. Данное обстоятельство, по-видимому, связано с большей шириной спектрального окна ОКС в первичном рентгеновском пучке, вследствие чего в дифракции частично принимает участие и излучение непрерывного спектра, что формально может восприниматься как увеличение доли некогерентного рассеяния. В обоих случаях экспериментальные значения ΔI_R

Материал	μt	$\Delta I_R^{\text{теор}} \cdot 10^{-1}$, имп./с	$\Delta I_R^{\text{эксп}} \cdot 10^{-1}$, имп./с		$\rho_d \cdot 10^{-4}$, см^{-2}	
			ДКС	ОКС	ДКС	ОКС
InSb	1	44,6	34,6	64	16	29
	1,5	39,9	22,2	32,8	11	14,8
	2	31,3	10,6	19,5	4,9	8,7
	2,5	24,7	4,6	5	2,1	2,3
	3	18,2	0,2	0,6	0,1	0,2
CdTe	1	111,5	99,1	132	45	60
	1,5	99,7	55,2	67,7	25	30,8
	2	78,2	26,7	40,2	12,1	18,3
	2,5	61,7	12	13,3	5,5	6
	3	45,5	6,1	7	2,7	3,2

Примечание. ρ_d по данным избирательного травления равно $20 \cdot 10^4$ и $50 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ соответственно для InSb и CdTe.

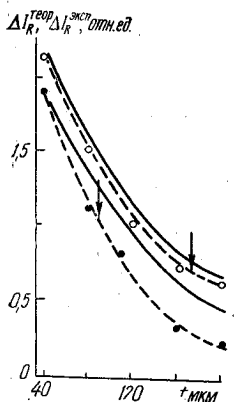
резко уменьшаются при увеличении уровня поглощения (параметра μt) и при $\mu t \approx 3$ для образцов, содержащих дислокации, становятся относительно малыми.

Из таблицы следует, что при $\mu t \approx 1$ наблюдается удовлетворительное согласие значений ρ_d (с точностью до 20 %), рассчитанных с учетом $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ по соотношению (1), с полученными методом ИТ. Следовательно, значения $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ для указанных образцов удовлетворительно описываются в рамках указанной модели рассеяния РЛ. В то же время по мере увеличения толщины образцов значения $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ уменьшаются намного быстрее, чем $\Delta I_R^{\text{теор}}$, рассчитанные по (1) с использованием результатов металлографических измерений ρ_d . Это обстоятельство, по-видимому, обусловлено возрастающим влиянием динамических эффектов на диффузное рассеяние по мере увеличения толщины кристаллов [13, 14], что не учитывалось в рамках упомянутой модели. Рассчитать эти эффекты в кристаллах, содержащих дислокации, пока не представляется возможным, ввиду отсутствия соответствующих формул.

Несмотря на различия $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ и $\Delta I_R^{\text{теор}}$, порядок рассчитанного по формуле (1) значения ρ_d сохраняется, однако, до $\mu t \approx 2$. Это обстоятельство можно использовать в случае сильно поглощающих материалов для «расширения» интервала μt , в котором еще можно оценивать ρ_d по значениям $\Delta I_R^{\text{эксп}}$. Поскольку варьирование значений μt для образцов заданной толщины при использовании длин волн характеристического спектра имеет ограниченные возможности, указанный параметр можно существенно уменьшить при измерениях $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ ОКС при

дифракции излучения непрерывного спектра, особенно в длинноволновой области вблизи K -края поглощения λ_K атомов решетки [8]. Действительно, в случае кристаллов CdTe измерения I_R вблизи λ_K атомов Cd и Te, а не в MoK_α -излучении позволили расширить область толщин образцов до $t=200$ мкм, в которой наблюдается удовлетворительное согласие (с точностью до 20 %) значений $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ и $\Delta I_R^{\text{теор}}$ (рисунок).

Интервал толщин, где $\mu t=1$, на графиках обозначен стрелкой.



Толщинные зависимости $\Delta I_R^{\text{теор}}$ (сплошные) и $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ (штриховые) для CdTe вблизи K -краев поглощения: \circ — Cd, \bullet — Te.

только в приближении $\mu t \approx 1$. В случае более толстых реальных кристаллов ($\mu t=1 \div 3$) значение $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ оказывается существенно ниже, чем рассчитанное в рамках указанной модели. Это различие возрастает по мере увеличения толщины образцов. Значения $\Delta I_R^{\text{эксп}}$, измеренные как ДКС, так и ОКС в области $\mu t=1 \div 2$, можно, однако, использовать для экспрессной оценки порядка ρ_d в случае сильно поглощающих материалов, несмотря на то, что определенные таким образом значения ρ_d при $\mu t > 1$ несколько занижены. С учетом того, что параметр μt можно варьировать от единицы до двух, толщины образцов CdTe и других сильно поглощающих кристаллов при измерениях в длинноволновой области вблизи λ_K оказываются уже приемлемыми ($t \approx 400$ мкм).

Точное решение поставленной задачи определения ρ_d по значениям $\Delta I_R^{\text{эксп}}$ в области промежуточных толщин сильно поглощающих кристаллов станет возможным после развития динамической теории рассеяния излучений кристаллами с этим видом дефектов.

SUMMARY. It established that values integral intensities I_R during the Laue diffraction of X-rays in heavily absorbing crystals (InSb, CdTe) containing dislocations may be satisfactorily described in a phenomenological model suggesting the presence of two independent scattering channels (dynamic and kinematic) in the approximation of a thin crystal ($\mu t \leq 1$) only. μ stands for a normal absorption coefficient and t for a thickness of a sample. The experimental values of I_R measured in the region of $\mu t \approx 1 \div 2$ may be used for a rapid estimation of an average dislocation density ρ_d .

A possibility for the ρ_d estimation has been shown in relatively thick heavily absorptive samples ($t=400 \mu\text{m}$) when measuring I_R near K -edges of elements.

1. Даценко Л. И. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей и структурное совершенство реальных кристаллов. — УФЖ, 1979, 24, № 5, с. 577—590.
2. Иванов А. Н., Скаков Ю. А., Фомичева Е. И. Определение плотности дислокаций по эффекту экстинкции при съемке «на отражение» (по Брэггу). — Завод. лаб., 1982, 48, № 9, с. 53—55.
3. Иванов А. Н., Климанек П. И., Скаков Ю. А. Применение эффекта экстинкции для анализа дислокационной структуры кристаллов. — Кристаллография, 1983, 28, № 1, с. 109—114.
4. Authier A. Contrast of dislocation images in X-ray transmission topography. — Adv. X-ray anal., 1967, 10, p. 9—31.
5. Лидер В. В., Чуховский Ф. Н., Рожанский В. Н. Эффект экстинкции при динамическом рассеянии рентгеновских лучей в кристалле Ge, содержащем дислокационные петли. — ФТТ, 1977, 19, вып. 8, с. 1231—1237.

6. *Effect of dislocation density on integrated intensity of X-ray scattering by silicon crystals in Laue geometry* / N. M. Olekhovich, A. L. Karpei, A. I. Olekhovich, L. D. Puzenkova. — *Acta crystallogr. A*, 1982, **39**, N 1, p. 116—122.
7. Хрупа В. И., Даценко Л. И. Рассеяние рентгеновских лучей тонкими реальными кристаллами кремния. — ФТТ, 1982, **24**, вып. 3, с. 950—952.
8. *Исследование совершенства кристаллов однокристалльным спектрометром в случае лауэ-дифракции* / М. Я. Скороход, Л. И. Даценко, А. Н. Гуреев, А. С. Васильковский. — УФЖ, 1970, **15**, № 5, с. 789—797.
9. *Lawrence J. L., Mathieson A. McL. Variable-path Laue measurements and extinction.* — *Acta crystallogr. A*, 1977, **33**, N 1, p. 288—289.
10. *Наблюдение динамических осцилляций при рассеянии рентгеновских лучей в совершенных кристаллах кремния методом наклона* / К. Утемисов, В. П. Соменкова, В. А. Соменков, С. Ш. Шильштейн. — *Кристаллография*, 1980, **25**, № 4, с. 845—849.
11. *Пинскер Э. Г. Рентгеновская кристаллооптика.* — М.: Наука, 1982. — 389 с.
12. *К вопросу о рентгенодифракционных исследованиях хаотически распределенных дислокаций в монокристаллах* / В. Б. Молодкин, Л. И. Даценко, В. И. Хрупа и др. — *Металлофизика*, 1983, **5**, № 6, с. 7—15.
13. *Молодкин В. Б. Динамическая теория диффузного рассеяния в кристаллах с хаотически распределенными дефектами.* — *Металлофизика*, 1981, **3**, № 4, с. 27—38.
14. *Молодкин В. Б., Олиховский С. И., Осинковский М. Е. Динамическая теория диффузного рассеяния рентгеновских лучей и электронов в кристаллах, содержащих дефекты кулоновского типа.* — Там же, 1983, **5**, № 1, с. 3—15.