

ОРДЕНА ЛЕНИНА, ОРДЕНА ДРУЖБЫ НАРОДОВ
АКАДЕМИЯ НАУК УКРАИНСКОЙ ССР
ИНСТИТУТ МЕТАЛЛОФИЗИКИ АН УССР

На правах рукописи

КЛАДЬКО ВАСИЛИЙ ПЕТРОВИЧ

УДК: Б39.26 - 548.731

ЗАВИСИМОСТЬ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ТОРМОЗНОГО
ИЗЛУЧЕНИЯ ОТ СТРУКТУРНОГО СОВЕРШЕНСТВА МОНОКРИСТАЛЛОВ
БИНАРНЫХ И ТРОЙНЫХ СОЕДИНЕНИЙ.

Специальность 01.04.07 - физика твердого тела

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Киев - 1986 г.

Работа выполнена в Институте полупроводников АН УССР

Научный руководитель - доктор физико-математических наук,
профессор ДАЦЕНКО Л.И.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор КАНЕЛЬСОН А.А.
кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник ГРИГОРЬЕВ О.Н.

Ведущее предприятие - Институт физики твердого тела АН СССР, г.Черноголовка.

Защита состоится. "4" июня, 1986 г. в 14 часов

На заседании Специализированного совета К.016.37.01 при
Институте металлофизики АН УССР
Адрес: 252680, ГСП, г.Киев-142, пр. Вернадского,36,
конференц-зал НИ АН УССР

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института металлофизики АН УССР

Автореферат разослан "25" апреля, 1986 г.

Ученый секретарь Специализированного
совета К.016.37.01

доктор физико-математических наук  В.С.МИХАЛЕНКОВ

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ.

Актуальность темы. В настоящее время в связи с интенсивным развитием твердотельной электроники и полупроводниковой техники, дальнейшей ее микроминиатюризацией резко повышаются требования, предъявляемые к совершенству и примесной однородности полупроводниковых материалов. Известно, что современная полупроводниковая технология позволяет получать слитки с высокой степенью чистоты, так называемые почти совершенные кристаллы. Однако, и в таких образцах все же присутствует некоторое количество дефектов структуры, способных существенно повлиять на физические свойства материала. Поэтому, дальнейшее повышение надежности и экономичности микросхем, повышение мощности и чувствительности СВЧ- и фотоэлектронных приборов сопряжено с трудностями, связанными с неоднородностью физических и химико-физических свойств материала. Преодоление этих трудностей в значительной мере связано с развитием методов контроля дефектов структуры, а также их влияния на свойства кристаллов. Из сказанного вытекает необходимость повышения точности существующих неразрушающих способов контроля структурного совершенства кристаллов и разработки новых методов.

Среди неразрушающих способов контроля структурного совершенства наиболее информативными являются рентгеновские дифракционные методы. Перспективными, в частности, являются методы, основанные на анализе рассеяния рентгеновских лучей (РЛ) с длинами волн, близкими к К-краям поглощения компонентов исследуемых кристаллов, в связи с широким использованием в экспериментах непрерывного спектра мощных источников синхротронного излучения.

В настоящее время дальнейшее развитие получила и динамическая теория рассеяния излучений кристаллами, содержащими дефекты

различных типов. Достаточно хорошо теоретически и экспериментально исследованы закономерности рассеяния излучений элементарными кристаллами, в частности, Si и Ge . В то же время динамические эффекты в бинарных и тройных соединениях полупроводников, характеризующихся более сложным спектром дефектов, при использовании излучений с различными длинами волн, включая области вблизи К-краев поглощения компонентов, этими объектами изучены в недостаточной степени. До постановки настоящей работы, в частности, отсутствовали сведения о характере рассеяния излучений в тонких реальных кристаллах, а также в образцах, содержащих выделения избыточных фаз основных компонентов. Отсутствуют также надежные данные о дислокационной структуре узкозонных материалов.

Поэтому, экспериментальное исследование процессов рассеяния бинарными и тройными кристаллами представляет большой интерес и с точки зрения выяснения закономерностей рассеяния искаженной решеткой, состоящей из нескольких сортов атомов, и с точки зрения выяснения реальной структуры этих технически важных материалов.

Научная задача диссертационной работы. Экспериментальное выяснение особенностей рассеяния рентгеновских лучей с длинами волн вблизи К-краев поглощения компонентов в сильнопоглощающих кристаллах бинарных и тройных соединений, содержащих динамические и статические искажения различной природы и разработка количественных методик контроля структурного совершенства этих кристаллов.

Научная новизна. Впервые с помощью однокристалльного спектрометра (ОКС) проведены систематические исследования закономерностей рассеяния рентгеновских лучей в реальных кристаллах бинарных и тройных соединений, содержащих атомы тяжелых элементов. Получен ряд новых научных результатов. В частности:

1. Продемонстрирована возможность получения важнейших характеристик структурного совершенства монокристаллов - статического, фактора Дебая-Валлера L и коэффициента потерь энергии за счет диффузного рассеяния при измерениях интегральной интенсивности (ИИ) лауэ-дифрагированных пучков РЛ на ОКС.
2. Теоретически и экспериментально показана возможность динамического рассеяния РЛ в вышеуказанных кристаллах с хаотически распределенными дефектами второго класса (плотность дислокаций -10^7 см^{-2}).
3. Установлена линейность толщинных зависимостей логарифма скачка интенсивностей $\ln S = f(t)$, измеренных для длин волн вблизи К-краев поглощения компонентов, в приближении тонкого кристалла ($\mu t \sim 1$) для следующих случаев:
 - а) идеального и реального кристаллов бинарных и тройных соединений;
 - б) реального кристалла с избытком фаз компонентов.
4. Показано, что структурные дефекты в бинарных и тройных соединениях при $\mu t \sim 1$ не оказывают влияния на величины скачков интенсивностей вблизи К-краев поглощения компонентов, хотя сами интенсивности возрастают при увеличении плотности дефектов.
5. Определены динамические параметры (дебаевские температуры и среднеквадратичные смещения атомов) подрешеток в бинарном соединении InSb без использования каких-либо параметров, рассчитанных теоретически.
6. Предложено объяснение постоянства величины параметра Втолщинной зависимости $\ln S = At + B$ при варьировании температуры кристалла.

Научное и прикладное значение полученных результатов. Полученные в работе новые результаты о характере и закономерностях динамического рассеяния рентгеновских лучей реальными

кристаллами бинарных и тройных соединений, содержащих тяжелые элементы, представляют научный интерес для более детального понимания процессов рассеяния излучений такими объектами.

Разработанные методики оценки структурного совершенства сильноискаженных кристаллов по величине кинематической (диффузной) компоненты интенсивности, а также определения глубины нарушенных при механической обработке поверхностных слоев в этих кристаллах представляют практический интерес для полупроводникового материаловедения и приборостроения. В настоящее время эти методы внедряются на заводе чистых металлов (г. Светловодск).

Основные научные и прикладные результаты, полученные в работе, использовались на протяжении последних 5 лет в курсе лекций "Дифракционные методы исследования монокристаллов", который ежегодно читался на физическом факультете Киевского государственного университета им. Т.Г.Шевченко.

Положения, выносимые на защиту.

1. В многокомпонентных реальных (содержащих структурные дефекты) монокристаллах $\ln S = f(t)$ при $\mu t \leq 1$ на основании линейного характера зависимостей может быть определена аффективная концентрация атомов каждого компонента.
2. Динамические характеристики каждой из подрешеток бинарных кристаллов (средние квадраты тепловых смещений атомов и температуры Дебая) могут быть получены при анализе характера изменения с температурой зависимостей $\ln S = f(t)$, измеренных вблизи К-краев поглощения компонентов.
3. В многокомпонентных кристаллах, содержащих дислокации, по величине диффузной, компоненты интенсивности лауэ-дифрагированных пучков в условиях слабого поглощения ($\mu t \leq 1$) может быть определена плотность дислокаций.

Апробация работы. Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на: IУ Всесоюзном совещании "Дефекты структуры в полупроводниках", (Новосибирск, 1984 г.), Всесоюзной конференции "Динамическое рассеяние рентгеновских лучей искаженными кристаллами", (Киев, 1984 г.), II Всесоюзной школе молодых ученых и специалистов, (Москва, 1984 г.). Кроме того, отдельные результаты диссертация систематически докладывались на постоянно действующем Республиканском семинаре по динамическому рассеянию рентгеновских лучей (Киев, 1983,1984 г.), а также на юбилейных сессиях, посвященных памяти академика В.Е. Лашкарева (Киев, ИП АН УССР, 1983-1985 г.)

Объем работы. Диссертация изложена на 151 странице машинописного текста, состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка литературы из 146 наименований, II таблиц, 21 рисунка.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении дается обоснование актуальности темы диссертационной работы, приведены основные результаты и научные положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена обзору литературных источников, содержащих результаты исследований влияния на динамическое рассеяние рентгеновские лучей в геометрии Лауэ динамических и статических искажений периодичности решетки различной природы. Рассмотрены вопросы классификации дефектов структуры по их влиянию на дифракцию излучений, а также применения однокристалльного „спектрометра для исследования структурного совершенства кристаллов.

Проведен анализ методов контроля глубины нарушенных при механической обработке поверхностных слоев и химического состава соединений.

Из обзора литературных данных следует, что в последнее время достигнуты значительные успехи и в развитии теории рассеяния излучений кристаллами с дефектами, и в разработке экспериментальных методик исследования структуры кристаллов. Следует особо отметить методику измерения скачков Интенсивностей вблизи К-краев поглощения компонентов, позволяющую в приближении толстого кристалла ($\mu t > 10$) определить основные параметры структурного совершенства. Однако, как следует из обзора, практически не изученными является сильнопоглощающие кристаллы бинарных и тройных соединений, содержащих тяжелые атомы. Эти соединения находят в настоящее время важное техническое применение в целом ряде фотоэлектрических приборов.

Результаты последних теоретических и экспериментальных работ свидетельствуют о перспективности применения приближения тонкого ($\mu t \leq 1$) кристалла для исследования сильнонарушенных объектов, т.к. в толстом кристалле при высоком уровне искажений решетки, интенсивности аномального прохождения РЛ (АПРЛ) полностью подавляются.

Из оказанного выше вытекает необходимость экспериментального исследования особенностей рассеяния РЛ с длинами волн вблизи К-краев поглощения компонентов в сильнопоглощающих реальных кристаллах бинарных и тройных соединений и разработки количественных методик контроля структурного совершенства этих кристаллов.

Вторая глава посвящена описанию методики эксперимента.

Все измерения в данной работе были выполнены с помощью однокристалльного спектрометра при использовании длин волн непрерывного спектра РЛ, расположенных вблизи К-краев поглощения компонентов.

Проведен анализ влияния различных инструментальных фак-

торов на измеряемые интенсивности в случае ОКС.

Одним из недостатков ОКС является отсутствие возможности измерения интенсивности РЛ, падающих на кристалл. Указанную трудность, как показано в работе, можно обойти, если использовать дополнительное отражение от эталонного совершенного кристалла. Интегральную интенсивность пучка $I_{\varepsilon\lambda}$ с длиной волны λ , дифрагированного одним совершенным кристаллом, можно выразить через интегральный коэффициент отражения $R_i^{\Delta\theta}$:

$$I_{\varepsilon\lambda} = I_{0\lambda} \cdot R_i^{\Delta\theta} \cdot \omega_{\varepsilon}, \quad (2.1)$$

где $I_{0\lambda}$ -интенсивность падающего на кристалл рентгеновского пучка, ω_{ε} -неизвестная аппаратурная функция.

В случае нарушенного кристалла с хаотически распределенными дефектами, можно записать подобное выражение, заменив $R_i^{\Delta\theta}$ формулой для интегральной отражательной способности I_R , в которую входит, подлежащая определению, характеристика структурного совершенства, статический фактор Дебая-Валлера L:

$$I_{n\lambda} = I_{0\lambda} \cdot I_R \cdot \omega_n(\Delta\lambda, \Delta\theta) \quad (2.2)$$

где ω_n -аппаратурная функция реального кристалла. Проведенные экспериментальные исследования и расчеты показали, что величина $\omega_n / \omega_{\varepsilon} \sim I$ (с точностью измерения $I_{n\lambda} / I_{\varepsilon\lambda} \sim 6\%$) независимо от степени структурного совершенства исследуемого образца, типа отражения, уровня поглощения μt . Поэтому, рассмотрение отношения $I_{n\lambda} / I_{\varepsilon\lambda}$ позволяет исключить из последующего расчета неизвестные величины $I_{0\lambda}$ и ω :

$$\frac{I_{n\lambda}}{I_{\varepsilon\lambda}} = \frac{I_R}{R_i^{\Delta\theta}} = f(L). \quad (2.3.)$$

Это в конечном итоге дает возможность из измеренных на ОКС интегральных интенсивностей рассчитать искомые параметры структурного совершенства, используя известные выражения для I_R и $R_i^{\Delta\theta}$.

Используемые в работе величины нормальных коэффициентов фотоэлектрического поглощения μ для ряда бинарных соединений были определены в независимых опытах в широкой интервале длин волн, включая К-краи поглощения компонентов.

Контроль отсутствия в исследуемых образцах механических напряжений и термоградиентов проводился с помощью сопоставления интенсивностей фриделевских пар для hkl и $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ -отражений.

Одной из проблем при измерениях на ОКС является также определение вклада коротковолновых гармоник $n\lambda/2$ в измеряемую интенсивность. Для исключения паразитного влияния гармоник в нашем случае был использован метод варьирования анодного напряжения. В соответствии с соотношением $U_a \geq 12,39/\lambda$ подбиралось такое напряжение на аноде, чтобы $12,39/U_a > \lambda_n$, где n -номер первой разрешенной гармоники высшего порядка.

Для исследований использовались образцы, вырезанные из монокристаллических слитков. Нарушенный слой, возникающий в процессе резки, удалялся шлифовкой на алмазных порошках с зерном малого диаметра (М5-М20). Затем проводилось полировочное травление в соответствующих травителях.

Контроль структурного совершенства образцов осуществлялся с помощью рентгеновской топографии по Лангу и на отражение (по Брэггу), также методом избирательного травления.

Третья глава посвящена рентгенодифрактометрическим исследованиям хаотически распределенных дислокаций в монокристаллах.

При исследовании влияния таких дислокаций (плотность $\sim 10^7 \text{см}^{-2}$) на динамическое рассеяние РЛ установлено, что в указанных кристаллах возможно интерференционное прохождение РЛ.

В тонких реальных образцах вклад диффузной компоненты интенсивности I_D в суммарную величину ИИ резко возрастает, особен-

но при измерениях на спектрометре с шириной пучка, намного превышающей экстинкционную длину. Выражение для I_D , с учетом перенормированного статического фактора L^* , принимает вид:

$$I_D = I_{0\lambda} \cdot \frac{\pi}{3} \cdot \left(\frac{\partial b}{4\pi} \cdot \Lambda \right)^2 \cdot \rho_\delta \cdot q \cdot t \cdot \exp(-\mu t / \gamma) \quad , \quad (3.1.)$$

где $\vec{\delta}$ - вектор дифракции, \vec{b} - вектор Бюргера, Λ - длина экстинкции, ρ_δ - плотность дислокаций, q - кинематическая рассеивающая способность единицы объема, отнесенная к единице длины, t - толщина кристалла, μ - нормальный коэффициент поглощения.

Изменением динамической компоненты интенсивности по сравнению с идеальным кристаллом в первом приближении можно пренебречь, поскольку величины статического фактора $\exp(-L)$ близки к 1 в широком интервале изменения ρ_δ . Поэтому наблюдаемый на опыте прирост интенсивности Лауэ-дифрагированных пучков ΔI_R в тонких образцах, содержащих хаотически распределенные дислокации, можно отождествить с диффузной компонентой интенсивности I_D , определяемой (3.1). Согласно (3.1) можно легко рассчитать соответствующие значения ρ_δ в интервале $10^3 - 10^7 \text{ см}^{-2}$ их экспериментальных значений ΔI_R . Значения $\rho_\delta \sim 10^7 \text{ см}^{-2}$ отвечают случаю перекрытия рентгеновских деформационных изображений отдельных дислокаций. Нижний предел $\sim 10^3 \text{ см}^{-2}$ отвечает порогу чувствительности при измерениях I_R с точностью $\sim 3\%$. Значения для ρ_δ CdTe и КРТ приведены в таблице 3.1.

Реализация условия $\mu t \leq 1$ для сильнопоглощающих кристаллов CdTe, InSb и др. даже при использовании жестких излучений (Mo, Ag) не только требует приготовления геометрически тонких образцов ($t \sim 20 \text{ мкм}$) но и встречает принципиальные физические трудности, связанных с тем обстоятельством, что для основных типов отражений экстинкционная длина Λ и абсорб-

Таблица 3.1. Сопоставление ρ_0 , определенных независимыми методами

Материал	H(hkl)	$\lambda, \text{Å}$	μt	I_R (имп)	ΔI_R (имп)	$\rho_0, \text{см}^{-2}$		
						Предложенный метод	ИТ	Метод Ланга
Si	220	0,71	1	11350	500	10^3		10^3
Ge	220	1,13	0,9	310	50	$2,5 \cdot 10^4$		10^4
GaAs	220	1,21	2,2	990	960	$3,6 \cdot 10^5$		-
CdTe	220	0,48	0,7	2350	900	$1,1 \cdot 10^5$	$0,9 \cdot 10^5$	-
CdTe	331	0,48	0,7	1300	740	$0,8 \cdot 10^5$	$0,9 \cdot 10^5$	-
CdTe	311	0,48	0,7	990	250	$0,9 \cdot 10^5$	$0,9 \cdot 10^5$	-
CdTe	220	0,48	0,7	1560	65	$2,3 \cdot 10^3$	-	$5,3 \cdot 10^3$
KPT	220	0,39	1,2	10300	1100	$5,0 \cdot 10^5$	$5,4 \cdot 10^5$	-

ционная $1/\mu$ соизмеримы. Одним из путей преодоления этой трудности является переход в область $1 < \mu t < 10$, где $t \gg \lambda$. Результаты измерений и расчетов $(\Delta I_R^T, \Delta I_R^o)$, а также плотности дислокаций, рассчитанные по этим значениям, показывают, что эти значения резко уменьшаются при увеличении уровня поглощения (параметра μt), а при $\mu t \approx 3$ становятся относительно малыми. ΔI_R^o уменьшаются значительно быстрее, чем ΔI_R^T . Это обстоятельство, по-видимому, обусловлено возрастающим влиянием динамических эффектов на диффузное рассеяние по мере увеличения толщины кристаллов. Несмотря на различие ΔI_R^o и ΔI_R^T порядок рассчитанного по формуле (3.1) значения ρ_o сохраняется, однако, до $\mu t \approx 2$, что позволяет в практических целях использовать этот интервал толщин.

Необходимо также отметить, что в целом наблюдается удовлетворительная корреляция значений ΔI_R^o , измеренных на ДКС и ОКС, что является с нашей точки зрения свидетельством в пользу правомочности использования ОКС.

Четвертая глава посвящена изучению динамических характеристик подрешеток в соединении InSb.

Для соединения InSb были получены значения дебаевских температур и средних квадратов тепловых смещений атомов подрешеток. Это оказалось возможным благодаря исследованию температурных зависимостей функций $\ln S = At + B$, где $S = I_2/I_1$, A и B - параметры структурного совершенства кристалла, индексы 1 и 2 соответствуют соответственно коротко- и длинноволновым областям К-края поглощения. Параметр A можно представить для бинарных соединений в виде:

$$A^\alpha(\vec{h}) = \Delta\mu_A \frac{1}{\cos\theta} M_1^A(\vec{h}) \delta_{\alpha,A} + \Delta\mu_B \frac{1}{\cos\theta} M_2^B(\vec{h}) \delta_{\alpha,B}, \quad (4.1.)$$

где $\Delta\mu_A, \Delta\mu_B$ - скачки нормальных коэффициентов фотоэлектри-

ческого поглощения соответственно для компонентов A и B вблизи юс К-краев, δ - символ Кронекера, индекс α параметра $A^\alpha(\vec{h})$ равен A или B , если исследуемый скачок вблизи К-края атомов сорта A или B соответственно. В каждой из этих случаев в формуле (4.1), фактически остается отличным от нуля только одно слагаемое, что и позволяет раздельно определить параметры

Поправки на термодиффузное рассеяние $\mu_{ТДР}$ в данном случае одинаковы для длин волн λ_1 и λ_2 на основании того, что $\mu_{ТДР} \sim f_{rh}^2$.

Следовательно, при рассмотрении параметра $A^\alpha(\vec{h})$ эти поправки сокращаются.

Анализ экспериментальных зависимостей $\ln S=f(t)$ для шести исследуемых температур показал, что эти зависимости носят линейный характер, несмотря на наличие вкладов в ИИ волновых полей с различными состояниями поляризации. Линейность зависимостей $A_i = f(t)$ свидетельствует о том, что в исследуемом температурном интервале характеристическая температура θ_D является практически постоянной величиной.

Полученные в работе величины дебаевских температур и средних квадратов тепловых смещений атомов составляют: $\theta_D = 159 \pm 3 \text{ К}$, $\theta_D = 150 \pm 3 \text{ К}$ и

$$\langle u_S^2 \rangle = 1,44 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^2, \quad \langle u_S^2 \rangle = 1,72 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^2 \quad \text{при } T = 300 \text{ К}$$

для подрешеток In и Sb соответственно.

Проведен анализ термодиффузных поправок. Влияние их на интегральную интенсивность можно оценить следующим образом. Отношение δ ИИ термодиффузного рассеяния $I_{ТДР}$ к ИИ брэгговского отражения I_B в режиме АПРЛ по порядку величины равно:

$$\delta = \frac{I_{ТДР}}{I_B} \approx \left(\frac{4}{\cos^3 \theta} + \ln \frac{\Delta \theta}{\Delta \theta_B} \right) \frac{3\pi^3 \cos^4 \theta}{8} \cdot \frac{a}{\Lambda^2} \left(\frac{M_1^A(\vec{h})}{\mu_1^A(\vec{h})} + \frac{M_2^B(\vec{h})}{\mu_2^B(\vec{h})} \right) \quad (4.2.)$$

где $\Delta \theta$ - угловая ширина окна спектрометра, $\Delta \theta_B$ - угловая ширина кривой отражения, a - параметр решетки,

Λ - длина экстинкции.

В нашем случае $\Delta\theta \sim 1/300$, откуда $\delta \sim 1\%$ т.е. $\delta \ll 1$ и вкладом термодиффузного рассеяния в пределах погрешностей эксперимента можно пренебречь. Отметим, что δ зависит от $\Delta\theta$ слабо (логарифмически), так что в случае предельно широкого окна спектрометра ($\Delta\delta \sim \pi$) δ возрастает всего в два раза по сравнению с вышеуказанной величиной. Следовательно, малость δ достигается не за счет того, что детектор регистрирует часть термодиффузного фона, а за счет малости величин $M_1^A(\vec{h})$ и $M_2^B(\vec{h})$.

Важнейшим свойством рассеяния РЛ кристаллами с локализованными (статическими) дефектами является наличие диффузной составляющей интенсивности. Эта составляющая не проявляется в случае динамических искажений, т.к. вклад термодиффузной составляющей в ИИ мал из-за плавного распределения этой компоненты в обратном пространстве. Следовательно, и при рассмотрении функций $\ln S = f(t)$ этот вклад мал, что объясняет постоянство величины отрезка, отсекаемого на оси ординат в случае динамических искажений.

Пятая глава посвящена изучению влияния дефектов кулоновского типа, а также выделений фаз компонент на динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах. Исследованы закономерности рассеяния рентгеновских лучей бездислокационными монокристаллами CdTe. Полученные значения статического фактора Дебая-Валлера L для четырех отражений и длин волн, позволили построить зависимости $\ln \mu L = f(\ln H)$. Поскольку эти функции оказались линейными, а величины их наклонов к оси абсцисс близки к $3/2$ ($\sim 1,4$), на основании теории Дедерихса был сделан вывод, о том, что доминирующим типом дефектов в данном кристалле являются дислокационные петли. Проанализирована зависимость μ_{DR} от длины волны. В соответствии с предсказаниями теории эта зависимость оказалась близкой к квадратичной.

Было также изучено рассеяние рентгеновских лучей тонкими кристаллами бинарных и тройных соединений. При этом показано, что зависимость $\ln S = f(t)$ так же, как и в толстых кристаллах, имеют линейных характер как в совершенных, так и в дефектных кристаллах. Эти зависимости имеют вид:

$$\ln S \equiv \ln I_{R_2} / I_{R_1} = (\mu_1 - \mu_2) \cdot t \quad , \quad (5.1.)$$

где μ_1 и μ_2 - нормальные коэффициенты поглощения. Таким образом, величина $\ln S$ при $\mu t \leq 1$ в отличие от случая толстого кристалла, не зависит от структурного совершенства однородного образца, хотя каждая из интенсивностей (I_{R_2} и I_{R_1}) подвержена влиянию дефектов структуры.

Из данного факта вытекает принципиальная возможность определения концентрации C_i одного из компонентов в полупроводниковом соединении из экспериментальной величины S , измеренной в тонком образце. Действительно, используя известное выражение для μ в соединении:

$$\mu = \rho_{\Sigma} \sum_i \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i \cdot C_i \quad , \quad (5.2.)$$

где C_i и $(\mu/\rho)_i$ - соответственно концентрация и массовый коэффициент поглощения i -го компонента, а ρ_{Σ} - плотность соединения, и рассматривая конкретный скачок интенсивности в бинарных соединениях, например, вблизи λ_K первого компонента, видно, что коэффициент поглощения второго компонента одинаковый для длин волн λ_1 и λ_2 и выражение для $\ln S$ принимает вид :

$$\ln S = \rho_{\Sigma} \left[\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_1^{(1)} - \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_2^{(1)} \right] \cdot C_1 \cdot t \quad . \quad (5.3.)$$

Из (5.3) следует, что по экспериментальному значению $\ln S$ можно определить концентрацию C_i .

Исследованы также закономерности динамического рассеяния РЛ в кристаллах CdTe макровыделениями фаз теллура и кадмия.

Установлено, что зависимости $\ln S=f(t)$ для образцов с выделениями фаз, как и в кристаллах стехиометрического состава, носят линейный характер, несмотря на наличие преципитатов, окруженных зоной пластической деформации матрицы.

Изменение концентрации Cd или Te за счет преципитатов того или иного компонента приводит при сохранении линейности функции $\ln S=f(t)$ к изменению ее наклона. Так, например, избыток Cd приводит к резкому увеличению наклона, функции $\ln S=f(t)$, измеренной в области волн вблизи $\lambda_{K}Cd$, по сравнению со стехиометрическим состоянием.

Отсюда следует возможность определения концентрации компонентов кристаллов с использованием только экспериментальных значений $\ln S$ для скачков интенсивностей вблизи K-краев поглощения Cd и Te :

$$C_S^{Te} = \frac{b}{Ka + b}; C_N^{Cd} = \frac{Ka}{Ka + b}, \quad (5.4.)$$

где $a = C_S^{Cd}$, $b = C_S^{Te}$, $K = \frac{\ln S_N^{Cd} / \ln S_S^{Cd}}{\ln S_N^{Te} / \ln S_S^{Te}}$ величины, не зависящие от плотности вещества.

Установлена корреляция значений C_i определенных предложенным методом, а также с помощью рентгеновского микроанализатора "Сamebax".

Шестая глава посвящена изучению нарушений структуры поверхности кристаллов, возникающих при их резке и механической обработке.

Дифрактометрические методы определения глубины нарушенного слоя (ГНС), основанные на эффекте Бормана, не применимы для контроля сильноискаженных монокристаллов, так как эффект АПРЛ в них подавлен. Поэтому исследование закономерностей рассеяния РЛ та-

кими кристаллами с нарушенными слоями проводилась в приближении тонкого кристалла $\mu t < 1$. Дефекты структуры в этом случае, как известно, приводят к увеличению ИИ.

$$I_R = I_B + I_D \quad (6.1.)$$

Здесь I_B интенсивность брэгговской компоненты, а I_D - диффузной.

Величину I_D , в первом приближении с использованием модели идеально-мозаичного кристалла можно описать выражением:

$$I_D = I_{0\lambda} \cdot Q \cdot t_H \exp(-\mu t / \gamma), \quad (6.2)$$

где t_H - глубина нарушенного слоя, Q - кинематическая рассеивающая способность единицы объема.

Однако расчет параметра t_H по формуле (6.2) встречает ряд трудностей, параметр можно Q рассчитать только весьма приближенно, поскольку неизвестны поправки на экстинкции.

Поэтому была применена методика измерения скачков ИИ вблизи К-краев поглощения.

Используя то обстоятельство, что величины ряда параметров близки для длин волн λ_1 и λ_2 , симметрично расположенных относительно К-края поглощения, в том числе и Q , а также применение формулы (6.1) и (6.2), получим выражение для определения t_H :

$$\alpha = \beta \exp[-t_H(\mu_2) - (\mu_{i2})] - \gamma \exp[-t_H(\mu_1 - \mu_{i1})], \quad (6.3)$$

где $\alpha = I_R^{(2)} \exp(-\mu_1 t) - I_R^{(1)} \exp(-\mu_2 t)$, $\beta = I_1^{(2)} \exp(-\mu_1 t)$, $\gamma = I_1^{(1)} \exp(-\mu_2 t)$, $I_R^{(2)}, I_R^{(1)}$ - интенсивности, измеренные соответственно в длинно- и коротковолновой областях вблизи К-края поглощения, в кристалле с нарушенными слоями, $I_R^{(2)}, I_R^{(1)}$ - интенсивности, измеренные в кристалле без нарушенных слоев.

В тексте диссертации приведены результаты исследования ГНС

в кристаллах с различными режимами обработки поверхности, величина которых коррелирует с данными, полученными независимыми методами.

Основные результаты и выводы.

1. Показано, что использование эталонного совершенного кристалла позволяет при измерениях интенсивностей на ОКС определить все параметры, характеризующие рассеяние и структурное совершенство кристаллов бинарных и тройных полупроводниковых соединений.
2. Исследованы особенности рассеяния рентгеновских лучей в различных бинарных монокристаллах, содержащих малые плотности дислокаций ρ_0 (меньше 10 см^{-2}). Показано, что при таких значениях ρ_0 перенормированный статический фактор, характеризующий влияние искажений на дифракцию рентгеновских лучей, не приводит к интерференционному погашению когерентно рассеянной волны. Установлена корреляция между значениями плотностей дислокаций, определенными из прироста интенсивности за счет диффузной компоненты рассеяния и металлографическим методом.
3. Развита экспериментальная методика определения значений дебаевских температур и средних квадратов тепловых смещений атомов для каждой подрешетки в монокристаллах бинарных соединений. Предложено объяснение неизменности параметра В толщинной зависимости логарифма скачка «Интенсивностей вблизи К-края поглощения при варьировании температуры, заключающееся в плавности распределения термодиффузной компоненты интенсивности в обратном пространстве.
4. Показано, что из-за малой величины брегговского угла, для исследуемых монокристаллов бинарных и тройных соединений, состоящих из тяжелых атомов, зависимости $\ln S = f(t)$ носят линейный характер, несмотря на наличие вкладов в интегральную интенсивность волновых полей с различными состояниями поляризации.

5. Впервые экспериментально определена величина статического фактора Дебая-Валлера L в бездислокационных монокристаллах теллурида кадмия, а также параметр, учитывающий потери энергии за счет диффузного рассеяния на дефектах.

Определен доминирующий тип дефектов в таких кристаллах и получено подтверждение теории Дедерихса для бинарных полупроводниковых соединений.

6. Исследованы закономерности поведения (Интенсивностей динамического рассеяния рентгеновских лучей с длинами волн вблизи К-краев поглощения в кристаллах CdTe и CdHgTe в условиях слабого поглощения ($\mu t \leq 1$)). Теоретически и экспериментально показано, что толщинная зависимость логарифма скачка интенсивностей имеет линейный характер для случаев:

а) идеального и реального (содержащего структурные дефекты) кристаллов стехиометрического состава;

б) реального кристалла с выделениями фаз составных компонент.

7. Разработаны и апробированы методики контроля структурного совершенства сильнопоглощающих бинарных и тройных соединений:

а) определения плотностей дислокаций в реальных кристаллах по величине прироста интенсивности за счет диффузной компоненты рассеяния;

б) определения глубины нарушенных поверхностных слоев в сильнопоглощающих кристаллах, содержащих структурные дефекты;

в) контроля образцов на наличие выделений фаз компонент кристаллов.

На основании приведенных результатов можно прийти к следующим выводам. Измерение интегральных интенсивностей на ОКС позволяет получать достоверную информацию о величине параметров рассеяния и структурного совершенства кристаллов бинарных и тройных соединений при использовании длин волн вблизи К-краев

поглощения компонентов, а также проводить контроль химической однородности образцов по величине скачков интенсивности, измеряемых в приближении тонкого кристалла.

Разделение вкладов в интерференционный коэффициент поглощения составляющих, отвечающих за диффузное и термодиффузное рассеяние позволяет определить доминирующий тип дефектов в кристаллах, а также динамические характеристики подрешеток соединений.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах.

1. Мельничук И.В., Манакина-Жук А.Л., Кладько В.П., Королева Л.П. Раренко И.М. Рассеяние рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения компонентов CdSb . -УФЖ, 1981, 26, №4, с.615-618.
2. Молодкин В.Б., Даценко Л.И., Хрупа В.И., Осинковский М.Е., Кисловский Е.Н., Кладько В.П., Осадчая Н.В. К вопросу о рентгенодифракционных исследованиях хаотически распределенных дислокаций в монокристаллах. - Металлофизика, 1963, 5, №5, с.7-15.
3. Даценко Л.И., Крыштаб Т.Г., Кладько В.П., Кисловский Е.Н., Хрупа В.И. Рентгенодифрактометрические исследования структурного совершенства сильно поглощающих кристаллов. - УФЖ, 1984, 29, №5, с.743-747.
4. Молодкин В.Б., Кладько В.П., Гуреев А.Н., Гудэенко 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 Л03-106.
5. Дагенко 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.1066-1070.

6. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Кисловский Е.Н., Кладько В.П., Низкова А.И., Осинковский М.Е., Хрупа В.И. Интегральные характеристики структурного совершенства, определяемые из экспериментов по Лауэ-дифракции в тонком кристалле. - В сб.: Дефекты структуры в полупроводниках. - Матер. IV Всесоюзного совещания, Новосибирск 1984, ч.2, С.П6-П7.
7. Кисловский Е.Н., Кладько В.П., Фомин А.В., Хрупа В.И. Контроль толщины нарушенных слоев, образующихся при резке и шлифовке несовершенных монокристаллов. - Заводская лаборатория, 1985, 51, №7, с.30-31.
8. Даценко Л.И., Сальков Е.А., Кисловский Е.Н., Хрупа В.И., Гуреев А.Н., Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Фомин А.В., Лисавенко В.Д. Пузов С.Г. Способ контроля толщины нарушенного слоя в монокристаллах, - Заявка СССР №3794806, пол.решение 19 февраля 1985г.
9. Даценко Л.И., Гуреев А.Н., Хрупа В.И., Кисловский Е.Н., Кладько В.П., Низкова А.И., Прокопенко И.В., Скороход М.Я. Способ контроля структурного совершенства монокристаллов. - Заявка СССР №3830099, пол.решение 18 июня 1985г.
10. Гуреев А.Н., Молодкин В.Б., Кладько В.П. Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения компонент. - В сб.: Субструктурное упрочнение металлов и дифракционные методы исследования. - Матер. Всесоюзн. конференции, Киев, 1985, С.190-.
11. Гуреев А.Н., Кладько В.П., Даценко Л.И., Скороход М.Я. Исследование типа доминирующих микродефектов в бездислокационном теллуриде кадмия. - УФЖ, 1986, 31, №1, с.101-104.

Подп. к печ. 18.01.86 БФ 24069 Формат 10x24 1/2 Бумага офсет.
Печ. офс. Усл. печ. л. 117 Уч.-изд. л. 423 Тираж 100.
Зак. 6-1658 Бесплатно

Киевская книжная типография научной книги. Киев, Репина, 4.