

УДК 548.4+548.734

В.М.Подоляк, В.М.Мельник

Луцький національний технічний університет.

ВПЛИВ ПРУЖНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ХАРАКТЕР ПОВЕДІНКИ КРИВИХ ПРОСТОРОВОГО РОЗПОДІЛУ ІНТЕНСИВНОСТІ РЕНТГЕНІВСЬКИХ ПРОМЕНІВ ПРИ ДИФРАКЦІЇ ПО БРЕГУ В ТОНКИХ КРИСТАЛАХ

На якісному рівні було охарактеризовано вклад пружних полів деформацій на характер поведінки кривих просторового розподілу інтенсивності дифракції рентгенівських променів в монокристалах кремнію після іонного опромінення. Експериментально був представлений ефект переповерхання $K_{\alpha 2}$ -компоненти характеристичного рентгенівського спектру, обумовлений появою деформації.

Ключові слова: *деформація, дифракція, спектр.*

Постановка проблеми. Побічні фізичні ефекти, які виникають в експериментальних дослідженнях, приводять до неочікуваних результатів, які не завжди сприймаються під питанням сумнівного їх аналізу. Так при дослідженні тонких монокристалів кремнію також мають місце появи пружних полів деформацій, обумовлені різноманітними об'єктивними і суб'єктивними факторами. З практики досліджень відомо, що якщо кристал був підданий опроміненню, то можуть виникати пружні деформації, які інколи приводять навіть і до викривлення поверхні кристалу в залежності від дози опромінення. Також під час зйомки різноманітних кривих при дифракції рентгенівських променів від тонких зразків кремнію виникають непередбачені експериментальні перешкоди, обумовлені ходом фізичного експерименту, що приводять до виникнення різного роду деформаційних полів. Це стосується тонких зразків (кремнію), які, як правило, повинні бути прикріплені до тримача гоніометричної головки рентгенівського дифрактометра. Вищезгаданий варіант не є єдиним в подібного роду фізичних дослідженнях напівпровідникового матеріалу з точковими дефектами які обумовлюють пружні деформації у них.

При наклеюванні тонких зразків на тримач можуть із-за тих чи інших причин виникати пружні деформації в них, які в залежності від вибору місця приклеювання, прижимних механізмів, тощо,- можуть впливати на характер поведінки дифракційних кривих. Якщо говорити про дефекти, обумовлені імплантацією, можна сказати, що вони вносять різні вклади в дифраговану інтенсивність рентгенівських променів. Особливо це стосується з'йомки кривих при просторовому розподілі інтенсивності, де завжди фіксується зростання її дифузної компоненти від спотворених імплантованих шарів на глибині кристалів. Іноді, в залежності від рівня спотворення і видів дефектів, обумовлених імплантацією, можуть виникати вагомні стрибки інтенсивності дифузного розсіювання кінематичного характеру на дефектах, обумовлених опроміненням. В залежності від дифрагованої інтенсивності просторового розподілу ми беремося визначати інтегральні характеристики розсіювання рентгенівських променів на дефектах статичного фактора Дебая-Валлера (L), відносної спотвореної долі ґратки (ρ_0) та середнього квадратичного зміщення атомів ($\langle u^2 \rangle$), глибину залягання, товщину спотвореного шару і інше. Проте вклад пружних полів деформацій, обумовлений експериментальними факторами при дослідженні дифракцією в випадку просторового розподілу інтенсивності може приводити до різного роду похибок, а інколи до суттєвих експериментальних помилок.

Отже, проблема, висвітлена в даній статті, зводиться до виявлення вищеописаних експериментальних вкладів на якісному рівні в дифраговану інтенсивність рентгенівських променів при просторовому розподілі інтенсивності від неочікуваних пружних полів деформацій, обумовлених експериментом.

Аналіз останніх досліджень. В [1] отримано вираз для повної інтегральної відбиваючої здатності кристалу з хаотично розподіленими дефектами:

$$R_i = R_i^P e^{-L} + R_i^K (1 - e^{-2L}),$$

де R_i^P , R_i^K - інтегральні відбиваючі здатності ідеального та ідеально-мозаїчного кристалів, відповідно, L - статичний фактор Дебая-Валлера. З цього виразу уже видно зростання інтегральної відбиваючої здатності R_i відбувається за рахунок 2-ї складової – дифузної компоненти R_D , яка

© В.М.Подоляк, В.М.Мельник

зростає при підвищенні ступеня дефектності, так як для більшості рефлексів R_i^K значно перевищує R_i^p . Це означає, що в геометрії Брега в умовах динамічної дифракції повна інтегральна відбиваюча здатність кристалу є чутливою до рівня структурних спотворень. Причому, роботи [2,3] доводять, що роль некогерентної компоненти суттєво зростає в випадку дифракції більш короткохвильового рентгенівського випромінювання на дефектах структури (довжина абсорбції рентгенівських променів $\mu^{-1} \gg \Lambda$, де μ - лінійний коефіцієнт поглинання, Λ - екстинкційна довжина).

Просторовий розподіл дифрагованої інтенсивності рентгенівських променів в геометрії Брега детально був описаний в [4]. Логарифм натуральний приведеної нормованої інтенсивності просторового розподілу дифракції рентгенівських променів зводився до лінійного рівняння виду:

$$\ln \left(\frac{\Delta I(x)}{Q I_0} \right) = k \Delta t + b$$

Легко побачити, що в цьому випадку вираз містить уже два члени, які залежать від товщини зразка Δt а, отже, характеризують ефективний нахил графіку до всіх x перерахованих в товщини t , який може мати різний знак в залежності від поведінки графіка логарифма приведеної нормованої інтенсивності просторового розподілу. Даний нахил і характеризує коефіцієнт ефективного поглинання дифузної компоненти дифракції рентгенівських променів при просторовому розподілі.

Тут також розглядалася можливість виділення дифузної компоненти динамічного розсіювання рентгенівських променів на дефектах структури при просторовому розподілі безпосередньо в області присутності когерентної компоненти розсіювання. Розглядалася поведінка дифрагованої інтенсивності по Брегу на кристалах з рівномірно розподіленими дефектами структури. Також експериментально і теоретично продемонстровано можливість застосування підходу просторового розподілу інтенсивності для тонких зразків без обмежень на їх товщину, та контролю структурної досконалості в кристалах з неоднорідно розподіленими по глибині дефектами. Відмічалася явище зменшення ефективного поглинання дифузного розсіювання рентгенівських променів в структурно-неоднорідних кристалах, завдяки впливу внесків розсіювання в повну відбиваючу здатність від глибинних шарів з дуже пошкодженою структурою.

Вплив пружних полів деформацій на характер дифракції був теоретично проаналізований в брошурі [5] для випадку Лауе- і Брег-геометрії зйомки, де було отримано вирази для повної диференціальної відбиваючої здатності пружно-деформованого монокристалу з дефектами. Тут було з'ясовано, що в двоххвильовому наближенні в результаті дифракції рентгенівських променів виникає зменшення амплітуд сильних брегівських хвиль після виходу із кристалу в напрямках дифрагованого і проходячого променів, де в основу моделі ввійшли представлення методу флуктуаційних хвиль деформацій і враховувалась плавність макроскопічних полів зміщень, обумовлених згином кристалу. В монографії [6] з урахуванням експериментальних досліджень було з'ясовано, що для малих і середніх рівнів поглинання проходить розмазання кривих дифрагованих рентгенівських променів під впливом деформації. При збільшенні кута відхилення φ відбиваючих площин від нормалі до поверхні проходить розтяг кривих інтенсивності по осі абсцис. Заодно, локальні пружно-деформовані проміжки кристалу стають джерелом зростання дифузної компоненти інтенсивності. Отже, інтенсивність дифрагованих пучків I_R в тонкому пружно-деформованому кристалі з мікроефектами може отримуватись меншою в піку, крива поведінки її може бути розтягнена вздовж осі абсцис і в тій чи іншій мірі досить вагомо зростає дифузна компонента розсіювання.

Постановка задачі. Основною метою даної роботи було продемонструвати і проаналізувати на якісному рівні вплив пружної деформації при приклеюванні тонких зразків до тримачів на характер поведінки дифракційних кривих при зйомці просторового розподілу інтенсивності рентгенівських променів в геометрії Брега за допомогою однокристалного спектрометра. Ставилося також завдання змоделювати за допомогою прикладних комп'ютерних програм дифрактометричні криві від ідеальних кристалів, а для співставлення з реальними дослідженнями здійснити відповідний комп'ютерний аналіз кривих просторового розподілу від деформованих і недеформованих зразків монокристалічного кремнію, в якому наявні точкові дефекти.

Об'єктами дослідження служили зразки кремнію, вирощені методом безтигельної зонної плавки, виготовлені у вигляді плоскопаралельних пластин, з орієнтацією (111), товщиною 300-350 мкм, які були опромінені іонами кисню та водню дозами $10^{16} \div 10^{17} \text{ см}^{-2}$ та енергіями 135-200 кеВ,

для утворення в них радіаційних SiO_x та локалізованих на глибині дефектів при гальмуванні іонів імплантації недалеко від поверхні.

Зйомка профілів кривих просторового розподілу інтенсивності в геометрії Брега велась за допомогою однокристалного спектрометра від (111)- симетричного відбиття з застосуванням добре сколимованого пучка $\text{Ag K}\alpha_1$ -лінії характеристичного рентгенівського спектру [7] шляхом повороту детектора з вузькою вхідною щілиною (50 мкм) в околі подвійного брегівського кута в сторону менших кутів. Розбіжність пучка під час зйомки при колімації двома щілинами по 50 мкм складала менше $5'$. Також знімалась крива качання на двохкристалному спектрометрі від (111)- відбиття з використанням $\lambda \text{ Cu K}\alpha_1$ -випромінювання рентгенівського характеристичного спектру.

Усі експериментальні криві дифракції рентгенівських променів пройшли комп'ютерну обробку. Для цього були задіяні програмні забезпечення Mathcad і Microcal Origin, де введені дані з експерименту в комп'ютер пройшли підготовку до якісного аналізу їх поведінки шляхом згладження від випадкових локальних одиничних стрибків інтенсивності. Було також змодельовано інтенсивність для ідеального кристалу і порівняно з інтенсивністю просторового розподілу від кристалу, близького до ідеального, яка була знята на однокристалному рентгенівському спектрометрі в геометрії Брега від тонкого кристалу кремнію. Також шляхом комп'ютерного моделювання було здійснено всі приведення і нормування дифрагованої інтенсивності рентгенівських променів при просторовому розподілі та виведення їх графічно.

Основна частина. На рис.1 а) та б) представлена крива залежності просторового розподілу інтенсивності в геометрії Брега від його товщини t в тонкому зразку кремнію, опромінену іонами водню H^+ , в якому були присутні макро- і мікродеформації, обумовлені імплантацією та приклеюванням. Необережне приклеювання зразка було здійснене розплавленим піщеїном до горизонтального тримача за кристалічні області, які були освічені первинним рентгенівським променем і приймали участь у дифракції. Як видно з рис.1.б, спостерігається помітне розширення кривої просторового розподілу дифрагованої інтенсивності за рахунок наявних деформацій при приклеюванні, порівняно з відсутністю їх на кривій, зображеній на рис.1.а, де мікро- і макродеформації були обумовлені тільки явищем імплантації. Приклеювання плоскопаралельного зразка, яке відповідає представленій кривій на рис.1.а, було проведене легким контактом розплавленого піщеїну по його кутах, що запобігало виникненню пружних деформацій у ньому. Порівнюючи криві на рис.1 можна помітити збільшення дифузного хвоста на кривій б), та розширення її ширини. Ці параметри характеризують зростання дифузної компоненти розсіювання від локально деформованих областей кристалу, які приймали участь в створенні дифракційної картини.

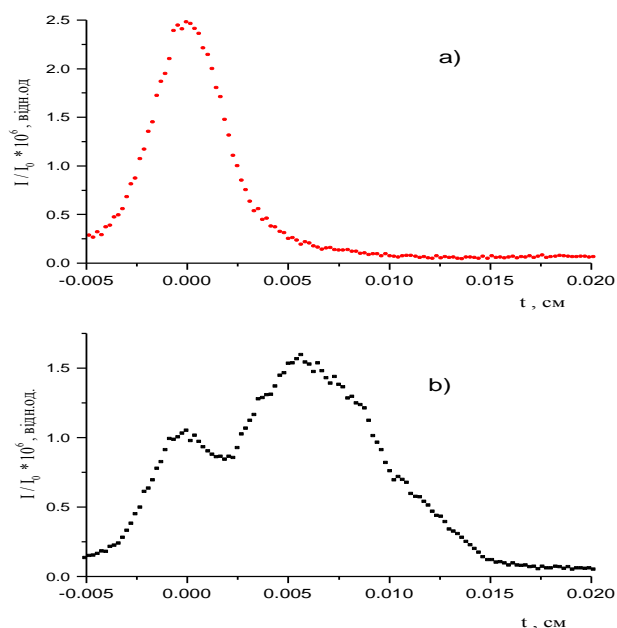


Рис.1. Зображення кривих просторового розподілу інтенсивності в відсутності (а) і наявності (б) деформацій, обумовлених приклеюванням тонкого зразка кремнію, імплантованого іонами водню

Разом з тим, для кривої на рис.1.б спостерігається і падіння пікового значення інтенсивності, порівняно з кривою, зображеною на рис.1.а, де воно в значній мірі є більшим, що вказує на процес перерозподілу когерентної компоненти інтенсивності розсіювання в дифузну, теж, напевно, за рахунок уже сказаних вище причин. Крім того, на профілі кривої б) спостерігається і додатковий пік зі сторони більших подвійних кутів (від'ємних товщин) руху детектора, який також дає вклад в спотворення правдивої кривої інтенсивності.

Цей пік можна пояснити, напевно, переповерханням $K\alpha_2$ -компоненти характеристичного рентгенівського спектру в залежності від знаку напруги в однокристальному варіанті з'їмки, хоча слід відмітити, що на початку експерименту зразок на гоніометрі і вся система була чітко відюстована і виставлена на нуль (поділ рентгенівського первинного променя пополам).

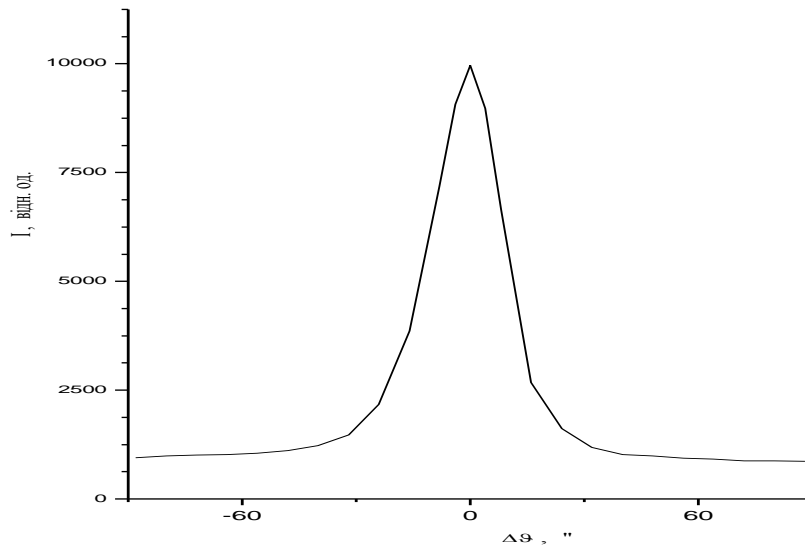


Рис.2. Крива качання від тонкого зразка кремнію, опроміненого іонами водню

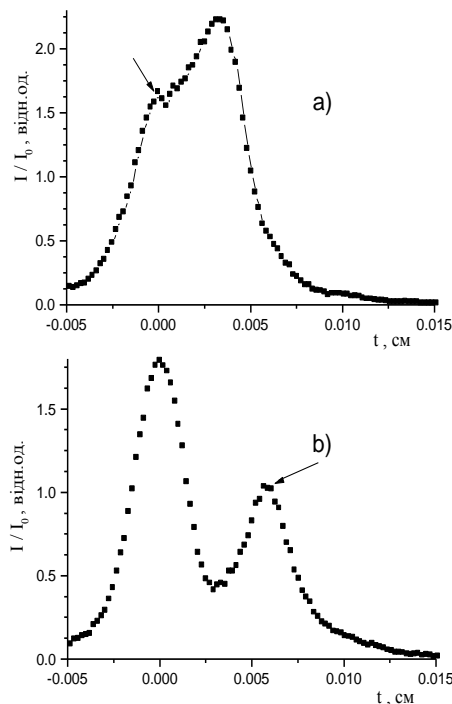


Рис.3. Переповерхання вказаної стрілками $Ag K\alpha_2$ -компоненти в залежності від величини деформації, обумовленої приклеюванням тонкого зразка Si, опроміненого іонами кисню

Для виявлення додаткових піків при дифракції в геометрії Брега від дефектів в зразку було знято криву качання на двохкристальному спектрометрі, яка приведена на рис.2 (залежність інтенсивності I від кута повороту кристалу $\Delta\theta$). Як видно, ніяких додаткових піків ні від

захороненого шару, ні від іншого роду дефектів не спостерігається. Це ще раз говорить про те, що внаслідок викривлень дифракційних площин в областях кристалу, які освічені первинним променем, при необережному приклеюванні зразка проходить зближення $Ag K\alpha_1$ і $K\alpha_2$ -компонент характеристичного рентгенівського спектру при подібних вимірюваннях на однокристалльному спектрометрі, які відповідають варіанту кривої на рис.1.б.

На рис.3 зображені профілі просторового розподілу дифрагованої інтенсивності рентгенівських променів в залежності від товщини t для тонкого зразка кремнію, опроміненого іонами кисню O^+ з різною величиною деформації при його приклеюванні.

Порівнюючи рис.3,а і б, можна помітити, що крок переповзання $Ag K\alpha_2$ -компоненти залежить від степені викривлення дифракційних площин (величини деформації).

На кривій, зображеній на рис.3.а $K\alpha_2$ -компонента знаходиться зліва від нульової позначки кривої просторового розподілу, що відповідає точці падіння первинного променя на поверхню зразка. Проте зі збільшенням величини деформації при приклеюванні вона може переповзати і вправо від нульового рівня правдивої дифрагованої кривої, пік якої наче б то відповідає відповідному значенню товщини. Це може стати особливо помилковим, коли в ході подібного дослідження очікуються стрибки дифрагованої інтенсивності від захоронених під дією імплантації шарів по глибині зразка. Поряд з цим, таке переповзання $K\alpha_2$ -компоненти може і екранувати істинні слабші по величині стрибки дифрагованої інтенсивності від захоронених після імплантації шарів, що і спостерігається на дифракційній картині.

Висновки і перспективи. Отже, на основі знятих кривих просторового розподілу інтенсивностей виявлені методичні помилки з'йомки, обумовлені необережним приклеюванням тонких зразків, яке викликає пружні деформації і, разом з тим, дає різного роду негативні внески в поведінку таких кривих при зйомці на однокристалльному спектрометрі. На якісному рівні пояснено причини спотворення дифракційної картини при появі деформації в тонких зразках кремнію при приклеюванні до тримача розплавленим піцеїном. Вплив деформації на інтенсивність просторового розподілу дифрагованих рентгенівських променів від тонких зразків на більш точному кількісному рівні може стати метою подальших досліджень не тільки для зразків, які були піддані імплантації високоенергетичними іонами, але і від зразків з іншими типами дефектів.

1. Dederichs P. Diffuse scattering from defect clusters near Bragg reflections. //Physics Review. В.-1971.-v.4,№1.-P.1041-1049.
2. Holy V. Dynamical X-ray diffraction from crystals with precipitates. 1. Theory of the Bragg case. //Acta Crystallography. А.-1984.-v.40, №6.-P.675-679.
3. Барьяхтар В.Г., Гуреев А.Н., Кочелаб В.В., и др. Полное интегральное Брэгг-отражение рентгеновских лучей и определение структурного совершенства реальных монокристаллов. //Металлофизика.-1989.-т.11,№3.-С.73-78.
4. Мачулін В.Ф., Даценко Л.І., Кладько В.П., Мельник В.М. Особливості просторового розподілу дифузного розсіювання рентгенівських променів в структурно неоднорідних кристалах. //Український фізичний журнал.-1999.-т.44,№10.-С.1234-1240.
5. Костюк А.Н., Молодкин В.Б., Олиховский С.И. Динамическая теория дифракции рентгеновских лучей в упруго изогнутых монокристаллах с микродефектами.- Киев, 1991.- Институт теор. физики НАНУ (препринт),- 31с.
6. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами.-Киев: «Наука думка»,1988.-200с.
7. Хрупа В.И., Энтин И.Р. Выделение диффузной компоненты рассеяния рентгеновских лучей, основанное на анализе пространственной структуры отраженного пучка. //Металлофизика. 1991, т.13, №3, С.117-125.