

X 射线截面形貌术中衍衬干涉条纹的 消衰现象

蒋 树 声

(南京大学固体物理研究所)

1982年9月14日收到

提 要

用X射线衍射截面形貌术研究了金刚石晶体中 Pendellösung 条纹的消衰 (fading) 现象。实验表明, 在尖劈形晶体和平板状晶体以及包含一片层错的晶体中都观察到动力学衍衬干涉条纹的消衰现象。用动力学理论和实验结果进行定量的比较, 结果是一致的。

一、引 言

1959年 Kato 和 Lang^[1] 首次用X射线衍射的技术在尖劈形的硅单晶中观察到 Pendellösung 条纹。这不仅开创了X射线衍射动力学的实验研究, 而且推动了动力学理论的发展。Kato^[2] 在1960年所发展的球面波动力学理论就是建立在这个重要实验基础上的。Pendellösung 条纹是估计晶体完整性的重要标志, 同时利用 Pendellösung 条纹的弯曲, 可以非常灵敏地判断晶体点阵的局部畸变以及某些宏观应变。更为重要的是, 深入研究这种衍衬干涉条纹, 可以进一步理解和发展X射线衍射动力学。

在衍射动力学理论中^[3], 色散面方程为

$$\xi_0 \xi_H = \frac{1}{4} k^2 P^2 F_H F_{\bar{H}}. \quad (1)$$

它是描述色散面的基本方程。式中 ξ 为色散面上任一结点到渐近线的距离; k 为波矢量; F 为结构因子; P 为偏振因素, 对于X射线的情况, 可以分成两种偏振状态。一种是电位移矢量垂直于 K_0 和 K_H 所组成的平面 (σ 偏振态), 这时 $P = 1$ 。另一种是电位移矢量躺在 K_0 和 K_H 的平面内 (π 偏振态), 这时 $P = |\cos 2\theta|$, θ 为 Bragg 角。由此可知, 存在着四支色散面, 一种偏振态所对应的两支色散面所产生的 Pendellösung 条纹将和另一种偏振态的条纹进行干涉, 从而产生消衰现象。Hattori 等人^[3] 对这种现象进行过研究。Hart 和 Lang^[4] 采用了经过平面偏振和未经平面偏振的入射线所得到的 Pendellösung 条纹进行了比较, 确认了消衰现象是由于偏振因子的影响所致。所用的方法是透射扫描技术。本文用截面形貌法观察了尖劈形和平板形金刚石单晶体中的 Pendellösung 条纹的消衰现象, 并用动力学理论对 σ 和 π 偏振态的两种情况进行了计算, 叠加后和实验结果进行定量的对比。更有兴趣的是在层错的衍衬干涉条纹中也观察到消衰现象。

二、实验结果和讨论

为了便于和衍射动力学理论进行比较,本文全部采用X射线衍射截面形貌术.所用的光源是微焦点X射线发生器,焦点的垂直高度为 $70\mu\text{m}$.光源到样品的距离为 450mm ,因而垂直分辨率小于 $2\mu\text{m}$.限止水平发散度的光栏宽度为 $8\mu\text{m}$.记录衍射象的底板是Ilford-L₄核乳胶.对于铜辐射,使用了L₄25 μm 核乳胶底板;对于钨辐射,使用了L₄50 μm 核乳胶底板.曝光时间一般为30—40h.上述的实验条件是保证高分辨率截面形貌的重要因素.

样品是一块高度完整的天然金刚石晶体.在进行截面形貌的研究以前,先拍摄了24张不同衍射的扫描形貌图.发现样品中仅包含17根位错线和一片层错以及非常少量的局部宏观应变区.这就有可能在晶体中选择某些合适的区域研究Pendellösung条纹.样品经定向切割后呈长方形的块状晶体,尺度为 $5\times 2\times 1\text{mm}$.样品表面经磨抛加工后用化学浸蚀法蚀去表面损伤层.三个互相垂直的表面的法线方向分别为 $[110]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ 和 $[001]$.下面分成三种不同的情况介绍实验结果:

1. 平板形晶体

将样品的 (001) 面和 $(\bar{1}10)$ 面调节到垂直于 K_0 和 K_H 所组成的平面,并用 $(\bar{1}1\bar{1})$ 作为布喇格衍射面.图1为衍射几何示意图.图中 ABC 为Borrmann三角形.根据球面波动力学理论,在倒空间中分别垂直于 α 支和 β 支色散面,方向相同的波场应产生干涉,

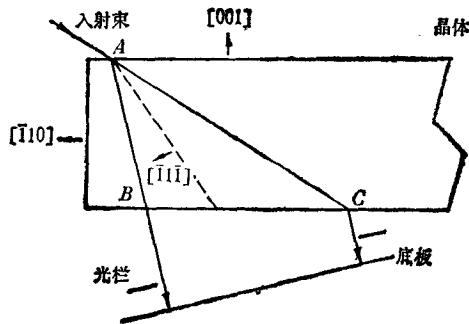


图 1

这相当于正空间的Borrmann三角形 ABC 中从 A 点出发的各个方向上存在着两支波的干涉.如果把这些等位相的点联结起来就成为等位相线.这些线和出射面 BC 相交是一系列的平行线.图2就是用截面形貌相记录到的一系列平行的Pendellösung条纹.这里仅选取了整个截面形貌图中没有包含任何缺陷的部分.

由图2可以清楚地看到,Pendellösung条纹的强度并非是均匀分布的,而是作周期性的变化.这很容易联系到对于X射线的两种不同的偏振状态(σ 偏振态和 π 偏振态)的相互干涉,对于每种偏振态所对应的色散面顶点之间的距离是不同的.

$$D = \frac{e^2}{mc^2} \frac{F\lambda P}{\pi V \cos \theta_B}, \quad (2)$$

式中 e^2/mc^2 为经典电子半径, F 为结构因子, V 为晶胞的体积, P 为偏振因子(由(1)式所知,对于 σ 和 π 偏振态,分别为1和 $|\cos 2\theta|$).Pendellösung条纹的消光距离

$$l = D^{-1}. \quad (3)$$

显然对于两种偏振态的消光距离也是不同的.表1列出了金刚石晶体中 (111) 衍射的消

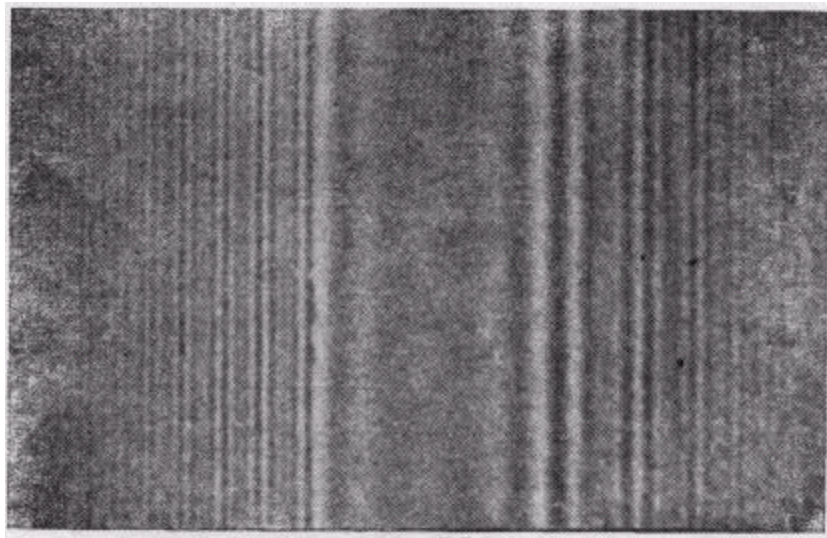


图2 CuKα₁ (111)衍射

表 1

偏振态 \ 辐 射	Ag (μm)	Mo (μm)	Cu (μm)
σ	47.93	37.59	16.29
π	49.77	39.96	22.62

光距离 l 的计算结果。因而在 Borrmann 三角形 ABC 中存在两组不同的 Pendellösung 条纹干涉系统,它们之间再进行相互作用,就象电子学中的调制波一样,产生了消衰效应。

理论上可以用已知的晶体厚度和消光距离 l 对两种偏振态的平均值计算出 Pendellösung 条纹的总数,并和实验结果进行比较。但从图 2 可以看出,靠近 Borrmann 三角形的 AB 和 AC 两边,条纹非常密集,无法加以分辨。幸而可以计算^[9]每个 fading 周期中的条纹数 N 。

$$N = \frac{\frac{1}{2}(1 + |\cos 2\theta_B|)}{(1 - |\cos 2\theta_B|)} \quad (4)$$

对于 Cu 辐射的 (111) 衍射, $N = 3.08$ 。这和图 2 中每个消衰周期中的条纹数是符合得很好的。值得指出的是,这里如果采用 Ag 辐射,由表 1 得知消光距离增加一倍以上。对于厚度为 1mm 的晶体,总的条纹数可以减少到 20 条左右,但是每个消衰周期的条纹数却增加到 27 条。换言之,总的条纹数还不满一个周期。这也是为什么在很多实验条件下看不到消衰现象的主要原因。在利用 Pendellösung 条纹测量晶体的结构因子时,应寻找上述的实验条件来避免消衰周期的干扰。相反,这里为了研究这一重要的动力学现象,必须有意识地选择合适的衍射和辐射,使得条纹强度的周期性变化清楚可见。图 2 中条纹在两边的分布是不对称的,这是由于本实验采用了不对称的劳厄衍射几何所致(见图 1)。

2. 尖劈形的晶体

Kato 和 Lang 在尖劈形的硅单晶中观察到 Pendellösung 条纹呈“钩”状^[1]。这里将上述的平板状晶体绕 $[\bar{1}10]$ 转一角度,然后拍摄截面形貌。如图 3 所示,一束很窄的人射线和晶体相截,截面 $ABCD$ 为平行四边形。截面中三角形 ABE (E 是 AD 和 K_0K_H 平

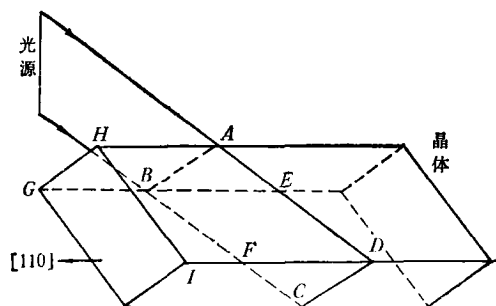
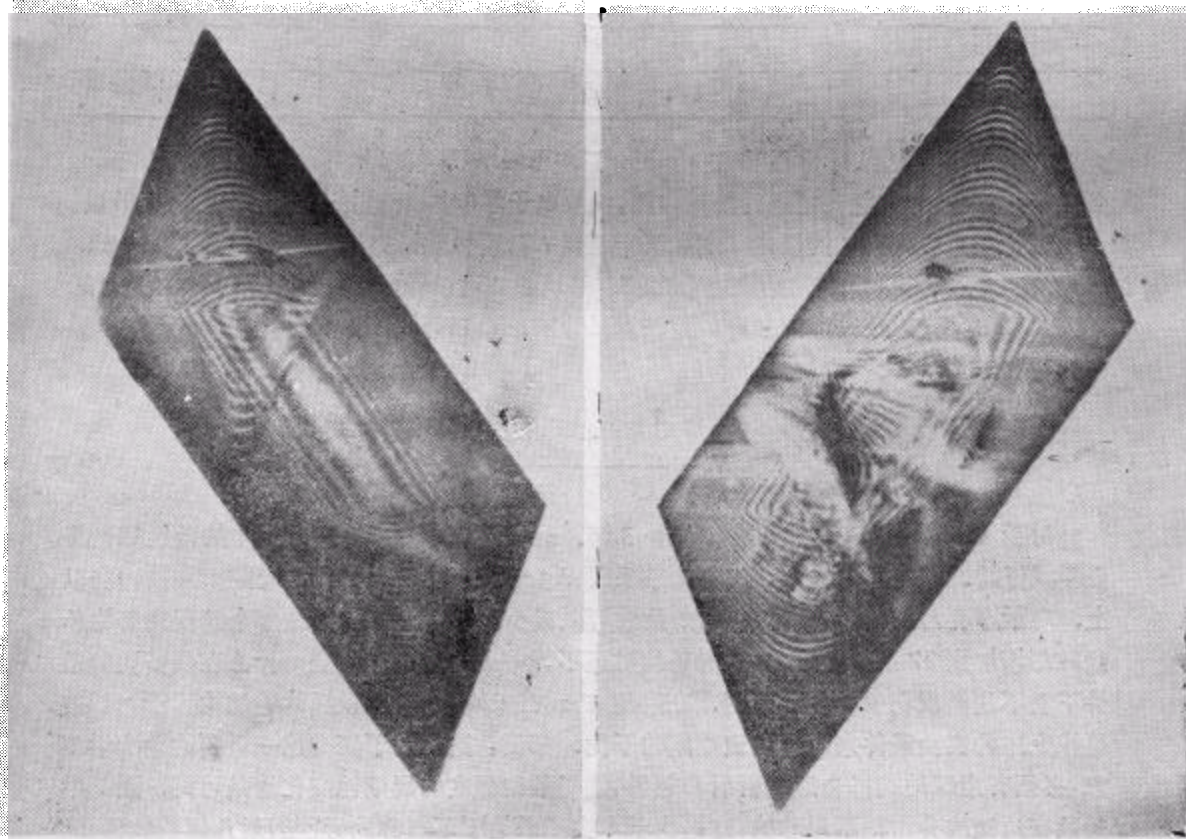


图 3

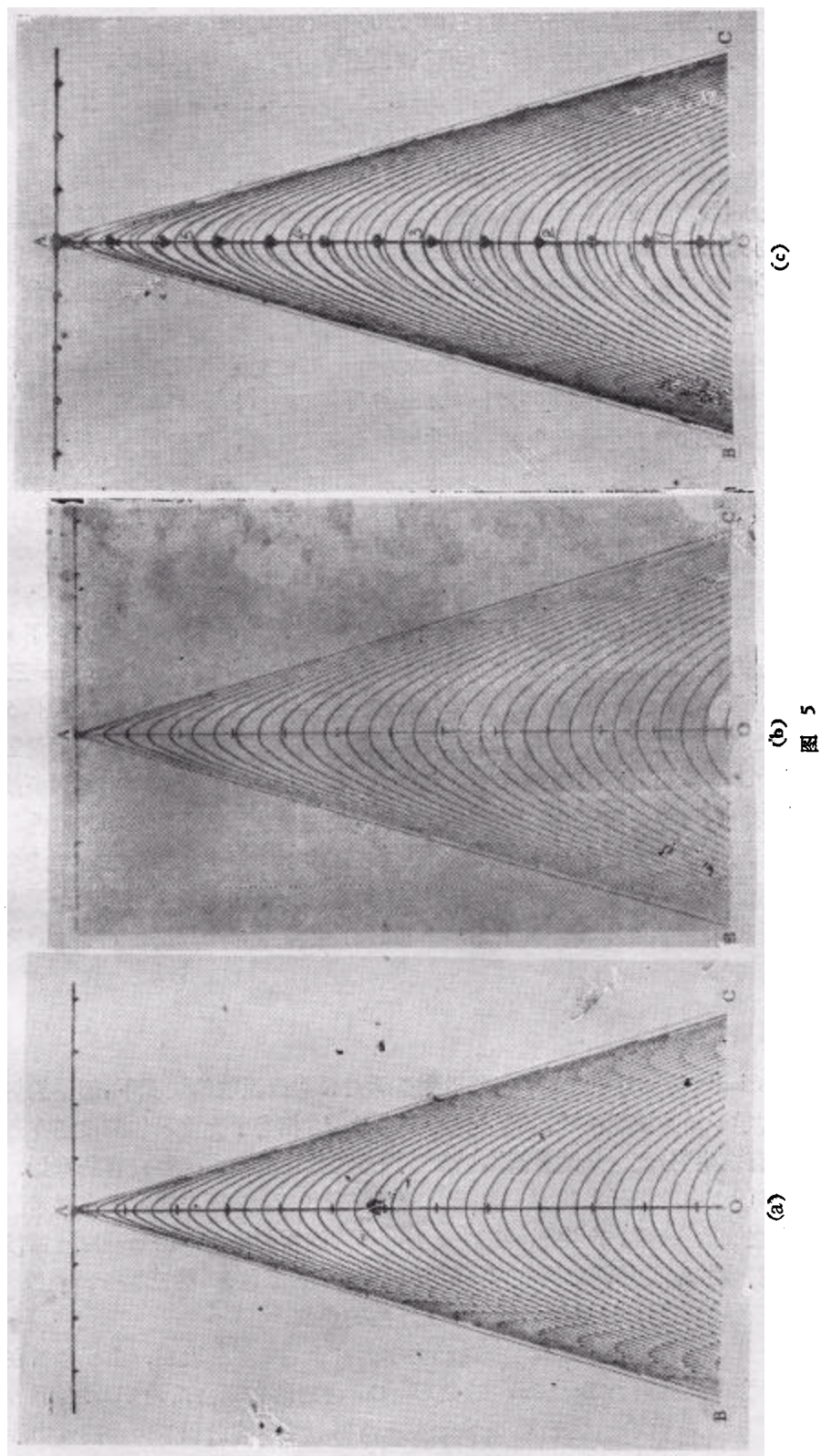
面的交点)和 DCF (F 是 BC 和 K_0K_H 平面的交点)以及它们的衍射线所组成的部分就是我们试图研究的尖劈状部分。图 4 为截面形貌相的立体对。为了有利于和动力学理论作



(a) $(2\bar{2}0)$ 衍射

(b) $(\bar{2}20)$ 衍射

图 4 $\text{MoK}\alpha_1$



定量的比较,这里采用了对称的劳厄几何(即 $(2\bar{2}0)$ 衍射和 $(\bar{2}20)$ 衍射).对于 $\{220\}$ 衍射,使用 Mo 辐射可以得到消光效应良好的可见性.图 4 中两张截面形貌图的四个尖劈部分都清晰地显示了强度作周期性变化的钩形条纹.用(4)式可以计算出对于 $\{220\}$ 衍射的每个周期的条纹数 $N = 6.08$.消光距离由(2)和(3)式得

$$l_o = 44.48 \mu\text{m}; \quad l_x = 52.84 \mu\text{m}.$$

晶体尖劈部分的最大厚度(相当于图 3 中 G 点沿 $K_0 K_H$ 平面平移到斜边 HI 的距离)由光学方法测得为 1.58mm. 由此得条纹的总数为 32.5,消光周期数为 5.34. 这和图 4 中 4 个尖劈部分中钩形条纹的分布是符合得很好的(由于尖劈的顶端衬度很强,条纹很难分辨,可由距离估出约为 5.4 个周期).

Kato^[6]在用球面波动力学理论讨论 Pendellösung 条纹时给出了如下关系式:

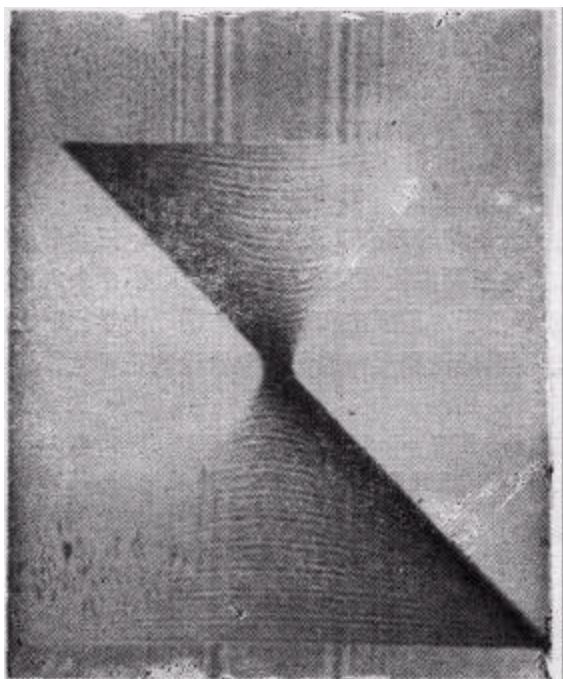
$$\{\Delta \mathbf{K}(\nu) \cdot \nu\} = A \cos \Theta (1 - \mathcal{P}^2)^{\frac{1}{2}}, \quad (5)$$

式中 ν 为通过 α 支和 β 支色散面上的一对共轭结点 P_1 和 P_2 、并和色散面垂直的单位矢量; $\Delta \mathbf{K}$ 为 P_1 和 P_2 波矢量之差; A 为两支色散面顶点之间的距离,显然就是消光距离的倒数,并和偏振状态有关; Θ 为通过 P_1 和 P_2 波矢量方向和 K_0 及 K_g 的角等分线(相当于正空间中 Borrmann 三角形的等分线)之间的夹角; $p = \text{tg } \Theta / \text{tg } \theta_B$, θ_B 为布喇格角.由(5)式不难推导出 Borrmann 三角形中 α 支和 β 支波场在各个方向进行干涉的等位相线的轨迹.图 5 就是这些等位相线的电子计算机模拟图.图 5(a)和(b)分别画出了 σ 和 π 偏振态所对应的等位相线.图 5(c)是两种偏振态的等位相线在同一 Borrmann 三角形 ABC 中的叠加. AO 代表晶体的厚度(1.58mm).图 5(c)中所标出的 1,2,3,4,5 各点代表两个偏振态的等位相线位相相同的点.它们和图 4 的每个消光周期中强度最强的钩形条纹相对应.模拟图中的消光周期数约为 5.5,这和截面形貌相(图 4)中钩形条纹的周期数是一致的.这里应该指出的是,图 4 中钩形条纹的形状不同于图 5 中的双曲等位相线的形状.它们相当于在立体的 Borrmann 三角柱体中双曲等位相柱面被切割成尖劈形后在尖劈表面的露头线的投影.同理,图 4 中衍衬象的上下两个顶角完全不同于图 5 中 $\angle BAC$. ($\angle BAC = 2\theta_B$).但是两张图中消光周期数以及每个周期中的条纹数应该是相同的.

3. 包含一片层错的晶体

根据 Authier^[7]的衍衬象理论,在考虑到晶体对 X 射线吸收的情况下,层错的衍衬象应由三组动力学干涉条纹所组成.第一组干涉条纹 I_1 相当于完整晶体的波场在通过一片层错时,没有发生“分支之间的散射”,仍保持原来的波场方向,但强度有所降低.因而它的分布应和图 2 中的平行条纹完全类似.第二组条纹 I_2 是原来的波场在通过层错时发生了“分支之间的散射”,产生了和原波场方向不同的新的波场.如果一片层错倾斜在平板状晶体内,则 I_2 为沙漏形区域内一系列双曲线干涉条纹.第三组干涉条纹 I_3 是和 I_1 与 I_2 在晶体出射面各点的相互干涉所产生的条纹.

图 6 为一张显示金刚石晶体中层错的动力学衍衬象的截面形貌图.由于倾斜在晶体中的一片层错没有充满整个 Borrmann 三角形(Cu 辐射的布喇格角为 21.95° , Borrmann 三角形很大,层错的面积略小于充满 Borrmann 三角形所要求的面积),因而图 6 中沙漏形

图 6 $\text{CuK}\alpha_1$ ($\bar{1}\bar{1}1$)衍射

动力学象上方的三角形是不完整的,下方的三角形是完整的. 根据衍衬象理论,沙漏形中任意一个完整的三角形,提供了有关层错的动力学衍射的全部信息. 从这个完整的三角形中,可以清楚地看到,呈双曲线形状的 I_2 条纹隐约可见,但呈扁平形曲线的 I_3 条纹占统治地位. 这是由于 I_3 的强度随吸收系数 μ 的增加而增加,而 I_2 的强度随 μ 的增加而减弱(使用 Mo 和 Ag 辐射时, I_2 占统治地位^[8]). 图 6 中 I_3 条纹的强度也作周期性变化,这里显然和 X 射线的偏振态有关. 对于 σ 和 π 两种不同的偏振态,它们各自存在着一组 I_1 , I_2 和 I_3 的干涉系统. 两组 I_1 条纹之间的干涉产生了图中沙漏形两侧强度作周期性变化的平行条纹. 它们类似于图 2 中的条纹分布. 两组 I_3 条纹之间的相互干涉使得沙漏形内 I_3 条纹的强度作周期性变化. 由层错的衍衬象原理出发^[9], 一个三角形内 I_2 条纹的总数应等于 I_1 条纹的总数. 因而

$$NI_2 = \frac{t \cdot \cos^{-1}\phi}{\frac{1}{2}(l_\sigma + l_\pi)}$$

这里 t 为晶体厚度 $1013\mu\text{m}$; ϕ 为布喇格衍射面($\bar{1}\bar{1}1$)和($\bar{1}10$)的夹角 35.3° ; l_σ 和 l_π 可由表 1 查得,故可求得

$$NI_2 = 63.78.$$

由(4)式可求得每个消衰周期中的条纹数为

$$N = 3.08.$$

故消衰周期数为 $NI_2/N = 20.7$. 很显然 I_3 的周期数为 I_2 的一半^[9],即 10.35. 如果仔细地数图 6 中下方三角形内 I_3 的消衰周期数为 10.4 左右,理论和实验得到了很好的吻合.

三、结 论

用 X 射线衍射截面形貌技术在平板状晶体和尖劈形晶体中观察到 Pendellösung 条纹的消衰现象,并在包含一片层错的晶体中观察到衍衬干涉条纹 I_3 的消衰现象.从动力学理论出发,用计算平均消光距离的方法以及用对 Borrmann 三角形中等位相线作电子计算机模拟的方法,分别和上述三种实验现象进行定量的比较,结果理论和实验符合得很好.确切地证明了消衰现象是由于 σ 偏振态和 π 偏振态的动力学衍射之间的相互干涉所致,也间接地证明了动力学衍射理论和层错的衍衬象理论的正确性.

本文的大部分实验工作是在英国 Bristol 大学物理系完成的. A. R. Lang 教授在实验过程中给予了指导.冯端教授对本文提出了宝贵意见.在此一并深表谢意.

参 考 文 献

- [1] N. Kato and A. R. Lang, *Acta Cryst.*, **12**(1959), 787.
- [2] N. Kato, *Acta Cryst.*, **13**(1960), 349.
- [3] H. Hattori, H. Kuriyama and N. Kato, *J. Phys. Soc., Japan*, **20**(1965), 1047.
- [4] M. Hart and A. R. Lang, *Acta Cryst.*, **19**(1965), 73.
- [5] B. K. Tanner, X-Ray diffraction topography, (1976).
- [6] N. Kato, *Acta Geologica Et Geographica Universitatis Comenianae, Geologica* Nr. 14, Bratislava, (1968).
- [7] A. Authier, *Phys. Stat. Sol.*, **27**(1968), 77.
- [8] S. S. Jiang (蒋树声) and A. R. Lang, *Proc. Roy. Soc. A.*, **388**(1983), 249.
- [9] A. Authier, *Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*, eds. Amelinckx, Gevers, Remaut and Landuyt, (1969), p. 517.
- [10] B. W. Batterman and H. Cole, *Rev. Mod. Phys.*, **36**(1964), 681.

FADING PHENOMENON OF PENDELLÖSUNG FRINGES IN X-RAY SECTION TOPOGRAPHY

JIANG SHU-SHENG

(Institute of Solid State Physics, Nanjing University)

ABSTRACT

The fading phenomenon of pendellösung fringes in diamond crystals has been studied by means of X-ray diffraction section topography. The fading periods of dynamical interference fringes have been observed in plate-like crystal and wedge-shaped crystal, as well as in crystal containing a stacking fault. They have been adequately interpreted in terms of dynamical diffraction theory. The quantitative comparison of experiment with theory has been made and the agreement is found to be quite good.