

# 位错的会聚束电子衍射研究

冯 国 光

(中国科学院物理研究所)

1985 年 2 月 4 日收到

## 提 要

从硅位错附近得到的会聚束电子衍射图样表明高阶劳厄带线和菊池线分裂。晶体学等效的衍射显示不同的分裂或不分裂。这些结果可以用晶体缺陷的衍射理论来解释,不分裂的衍射相当于位错的不可见,即  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ 。会聚束电子衍射提供了强有力的研究缺陷的高空间分辨率手段。

## 一、引 言

会聚束电子衍射 (CBED) 可以从很小的 ( $\sim 10$  nm) 区域提取包括三维的高阶劳厄带 (HOLZ) 衍射信息,是微结构分析的强有力手段<sup>[1]</sup>。CBED 带轴图样有明显的对称性, HOLZ 效应为准确地测定晶体的点阵参数和对称性提供了有效的途径。晶体缺陷可以使 CBED 图样畸变,从而破坏了图样的对称性。HOLZ 衍射效应对应力很敏感,应力可以使 HOLZ 线畸变和位移。我们可以从 HOLZ 线的位移来推算点阵的畸变。到目前为止,晶体缺陷的 CBED 研究不多,主要是局限于对称性和点阵畸变范围内。Carpenter 和 Spence<sup>[2]</sup> 用 CBED 研究了硅晶体中的位错,发现位错可以使 HOLZ 分裂,也有不分裂的 HOLZ 线。不分裂 HOLZ 线的衍射矢量与位错柏氏矢量垂直。因此可以从一张 CBED 图样得到位错的柏氏矢量。这些结果把缺陷的 CBED 研究推到一个新的水平上,但他们未能从理论上解释 HOLZ 线的分裂。我们重新研究了位错的 CBED 效应,得到了新的结果,同时提出了解释这些结果的理论根据。这些进展是从了解层错的 CBED 效应而来的<sup>[3]</sup>。我们首先指出 Hirsch, Howie 和 Whelan<sup>[4]</sup> 的晶体缺陷衍射理论可以用来解释 CBED 结果,从而把衍射和衍射统一起来,为用 CBED 研究缺陷提供了理论基础。本文简单报道硅单晶位错的 CBED 研究及定性解释其结果。

## 二、实 验 方 法

透射电子显微镜样品是用渗磷硅单晶的保护层制成。保护层内有层错和位错。化学侵蚀后用离子减薄,样品的薄区是层错的侵蚀坑,在侵蚀坑内可以找到位错线。CBED 工作是在一装交叉钨丝电子枪 Philips EM 400 T 电子显微镜上完成,所用束斑直径为 40 nm,比 Carpenter 和 Spence 所用 10 nm 束斑大。在象模式找到位错后,直接把电子束会

聚在位错附近,转衍射即可得到 CBED 图样.

### 三、结 果

图 1 (见图版 I) 是位错附近的 CBED 图样和完整晶体图样的对比. HOLZ 线是按 Jones, Rackham 和 Steeds<sup>[5]</sup> 的结果标定. 可以看出,除  $(5\bar{5}11)$  和  $(75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1})$  线以外,所有 HOLZ 都分裂.  $(75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1})$  双指标表示这是  $(75\bar{1}\bar{1})$  和  $(57\bar{1}\bar{1})$  偶合产生的线.  $(75\bar{1}\bar{1})$  和  $(57\bar{1}\bar{1})$  两线相交,在交点附近,直线变成双曲线,内线增强,外线减弱. 由于  $(75\bar{1}\bar{1})$  和  $(57\bar{1}\bar{1})$  是近邻衍射,其夹角很小,双曲线近似为直线,在图 1 中,外线很弱看不见,图中的两直线分别是由色散面的第一支和第二支引起<sup>[5]</sup>. 图 2 (见图版 II) 是显示一阶劳厄带衍射的低相机长度 CBED 图样. 和图 1 相比,图 2 提供了更多的信息. 高阶劳厄带线的可见度在高阶劳厄带衍射盘内比在零阶明场盘内更好,而且不会象在明场盘内那样互相干扰. 我们选用了最佳的第二聚光镜光栏,使  $\{75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1}\}$  线在衍射盘内清楚显现, Carpenter 和 Spence 用了一个不够大的光栏,在他们的图样中,  $\{75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1}\}$  线只有一小段在明场盘的边缘出现. 图 2 显示了一阶劳厄带衍射的分裂情况.  $(5\bar{5}11)$  和  $(75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1})$  衍射不分裂,其他衍射有双重、三重和四重分裂. 在多重分裂衍射中,有两线很强,其余的是弱线,我们在明场盘看见的就是这强的线. 由于分裂线的强弱不一,在判断 HOLZ 线的分裂时可能有困难. 不过我们可以比较晶体学等效的衍射,它们分裂的差异比较明显,例如  $\{91\bar{9}\}$  线组:  $(91\bar{9})$  和  $(19\bar{9})$ ,  $(1\bar{9}9)$  和  $(\bar{9}19)$  双重分裂,但  $(9\bar{9}1)$  和  $(\bar{9}91)$  四重分裂. 不分裂的衍射可以用来作内标,和晶体学等效的衍射比较:  $(5\bar{5}11)$  和  $(75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1})$  不分裂,  $(5\bar{1}1\bar{5})$  和  $(11\bar{5}\bar{5})$  四重分裂.  $(5\bar{1}\bar{1}7/7\bar{1}\bar{1}5)$  和  $(\bar{1}\bar{1}57/\bar{1}\bar{1}75)$  也是四重分裂,但  $\{75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1}\}$  原是双线,所以结果不明确. 图 2 还表明菊池线也分裂,不分裂的菊池线只限于  $\pm(\bar{2}\bar{2}4)$ ,  $(\bar{3}\bar{3}7)$  和  $(33\bar{5})$ , 和这些晶体学等效的  $\pm(\bar{2}4\bar{2})$ ,  $\pm(4\bar{2}\bar{2})$ ,  $(\bar{3}\bar{7}\bar{3})$ ,  $(7\bar{3}\bar{3})$  和  $(\bar{3}\bar{5}\bar{3})$ ,  $(5\bar{3}\bar{3})$  以及其他的菊池线都是双重分裂.

束斑在位错线上, CBED 图样严重畸变,零阶效应变化很突出,但 HOLZ 线也起变化,但其分裂的基本情况不变,  $(5\bar{5}11)$  和  $(75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1})$  线仍然不分裂,其他 HOLZ 线不但分裂,而且扭转.

### 四、讨 论

晶体缺陷对衍射振幅的影响可用一附加因子  $\exp(-i\alpha)$  来描述,位相角  $\alpha = 2\pi\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ , 其中  $\mathbf{g}$  为衍射矢量,  $\mathbf{R}$  为描述缺陷的位移矢量. 考虑一平行于样品表面的螺位错,离位错  $x$  的横向位置,  $\mathbf{R} = \frac{\mathbf{b}}{2\pi} \tan^{-1}(z/x)$ , 其中  $\mathbf{b}$  是位错的柏氏矢量,  $z$  为  $x$  点的纵向坐标. 所以  $\alpha = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \tan^{-1}(z/x) = n \tan^{-1}(z/x)$ . 衍射振幅可以写成  $n$  和  $\beta = 2\pi s x$  的函数,  $s$  是衍射  $\mathbf{g}$  的偏离量<sup>[4]</sup>. 在常规的衍射象,除了在样品的弯曲区域,  $s$  不变,衬度是由样品厚度变化或弯曲引起. 在 CBED, 由于束斑很小,照射区域内厚度不会有什么变化,衬度主要是由电子入射角度变化引起,这和由弯曲引起的摇摆曲线——弯曲轮廓带等效.

HOLZ 线和菊池线的分裂和不分裂可以用上面的理论来解释. 不分裂相当于位错的不可见, 条件是  $n = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ . 不分裂衍射可以用来测定位错的柏氏矢量. 用这方法得到的柏氏矢量为  $\pm [1\bar{1}0]$ . 各 HOLZ 衍射和菊池衍射的  $n$  值列于表 1. 可以看到, HOLZ 衍射的  $n$  值可以很大, 这是高阶衍射矢量引起的结果.  $n \neq 0$ , 衍射振幅受到调制, HOLZ 线和菊池线分裂. 衍射线的分裂和  $n$  值相关,  $n \leq 5$ , 衍射线双重分裂,  $n \geq 7$ , 衍射线多重分裂. 偶合线  $\{75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1}\}$  的等效衍射矢量取两相互作用衍射的平均.

表 1 硅单晶位错  $\mathbf{b} = \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$  附近,  $\langle 111 \rangle$  带轴各衍射的  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  值(偶合衍射有效  $\mathbf{g}$  取其平均矢量)

$\mathbf{g}$	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$	$\mathbf{g}$	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$	$\mathbf{g}$	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$
$5\bar{5}11$	0	$75\bar{1}\bar{1}/57\bar{1}\bar{1}$	0	$\pm(2\bar{2}4)$	0
$11\bar{5}\bar{5}$	+8	$5\bar{1}\bar{1}7/7\bar{1}\bar{1}5$	8.5	$\pm(4\bar{2}2)$	$\pm 3$
$5\bar{1}1\bar{5}$	-8	$\bar{1}\bar{1}57/\bar{1}\bar{1}75$	-8.5	$\pm(2\bar{4}2)$	$\mp 3$
$9\bar{1}\bar{9}$	4	$3\bar{7}11$	2	$3\bar{3}\bar{5}$	0
$19\bar{9}$	-4	$\bar{7}311$	-2	$353$	4
$199$	5	$113\bar{7}$	7	$533$	-4
$\bar{9}19$	-5	$113\bar{7}$	-7	$337$	0
$99\bar{1}$	9	$117\bar{3}$	9	$733$	5
$991$	-9	$711\bar{3}$	-9	$373$	-5

我们在此指出, Hirsch 等<sup>[4]</sup>计算了  $n = 1, 2, 3$  和 4 的衍射强度随  $\beta$  的变化.  $n = 3$  和 4, 强度为两个峰值. 在常规的衍衬象,  $\beta$  的变化其实是  $x$  的变化, 而在 CBED,  $\beta$  的变化虽然主要是来自  $s$ , 但  $x$  也是变量. 因为束斑的直径比位错线(位错核心)的宽度大得多, 在束斑照射区域内,  $x$  也是变化的.  $s = 0$  时, 上述运动学考虑成问题, 这给简单解释 HOLZ 线的分裂带来了困难. 事实上, 衍射的具体分裂情况和束斑的大小及束斑离位错线的距离有关. HOLZ 线的可见度也受样品厚度的影响. 此外, 硅晶体的全位错  $1/2 [1\bar{1}0]$  实际上可以分解为两不全位错, 不全位错之间是一层错. 对应于螺位错和刃位错, 层错的宽度分别是 4 nm 和 7.5 nm<sup>[6]</sup>. 用 40 nm 或 10 nm 束斑是设法分辨不全位错和层错引起的效应. 当束斑在位错上, 图样的畸变和 HOLZ 线的扭转很有可能与不全位错和层错有关. 上述的细节问题有待用很小的束斑(2nm)来研究以及用动力学理论<sup>[7]</sup>配合计算.

我们用了双束运动学理论来定性解释 HOLZ 线的分裂情况. 我们假设只有在带轴附近的零阶衍射处于交叉衍射状态, HOLZ 衍射看成是零阶衍射的微扰, 每一 HOLZ 衍射都近似地满足区域化双束条件. HOLZ 衍射消光距离大, 有利于用运动学理论来定性解释. 定量的计算, 当然要用 Howie 和 Whelan<sup>[7]</sup> 的动力学理论, 这工作正在进行中.

## 五、结 语

从位错附近得到的 CBED 图样含有丰富的信息. 这些信息表现为 HOLZ 线和菊池线的分裂和不分裂. 衍射的分裂和不分裂可以用 Hirsch 等人的晶体缺陷理论来解释, 不

分裂的衍射相当于位错在这些衍射中的不可见,条件是  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ . 这可以用来测定位错的柏氏矢量. 计算 HOLZ 线和菊池线的  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  值发现衍射的分裂和  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  值相关,  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  值越大分裂线条越多, 我们明显地看到了四重分裂.

我们用 CBED 研究了层错<sup>[3]</sup>和位错, 结果表明层错和位错都使衍射分裂. 用 Hirsch 等人的衍射理论可以定性解释这些结果. 很明显, 其他的晶体缺陷也可以用 CBED 来研究. CBED 的小束斑为研究微缺陷提供了强有力的手段.

感谢中国林业科学院提供了电子显微镜; 哈尔滨工业大学提供了晶体; 褚一鸣、周玉清协助制样.

### 参 考 文 献

- [1] J. W. Steeds, in *Introduction to Analytical Electron Microscopy*, ed. J. J. Hren *et al.*, (Plenum Press, New York 1979), 387.
- [2] R. W. Carpenter and J. C. H. Spence, *Acta Cryst.*, **A58** (1982), 55.
- [3] 冯国光, 本刊本期.
- [4] P. B. Hirsch, A. Howie and M. J. Whelan, *Phil. Trans. Roy. Soc.*, **A252** (1960), 499.
- [5] P. M. Jones, G. M. Rackham and J. W. Steeds, *Proc. Roy. Soc.*, **A354** (1977), 197.
- [6] I. L. F. Ray and D. J. H. Cockayne, *Proc. Roy. Soc.* **A325** (1971), 543.
- [7] A. Howie and M. J. Whelan, *Proc. Roy. Soc.*, **A263** (1964), 217.

## CONVERGENT-BEAM ELECTRON DIFFRACTION STUDY OF DISLOCATIONS

FENG GUO-GUANG (K. K. FUNG)  
(*Institute of Physics, Academia Sinica*)

### ABSTRACT

Convergent-beam electron diffraction near a dislocation in silicon shows that some of the higher-order Laue zone lines and Kikuchi lines are split. The splitting of crystallographically equivalent reflections is different. These can be explained in terms of the theory of diffraction contrast of imperfect crystals. The splitting and unsplitting of the reflections correspond to the visibility and invisibility of the dislocation. Convergent-beam electron diffraction provides a powerful means for the study of crystal defects with high spatial resolution.

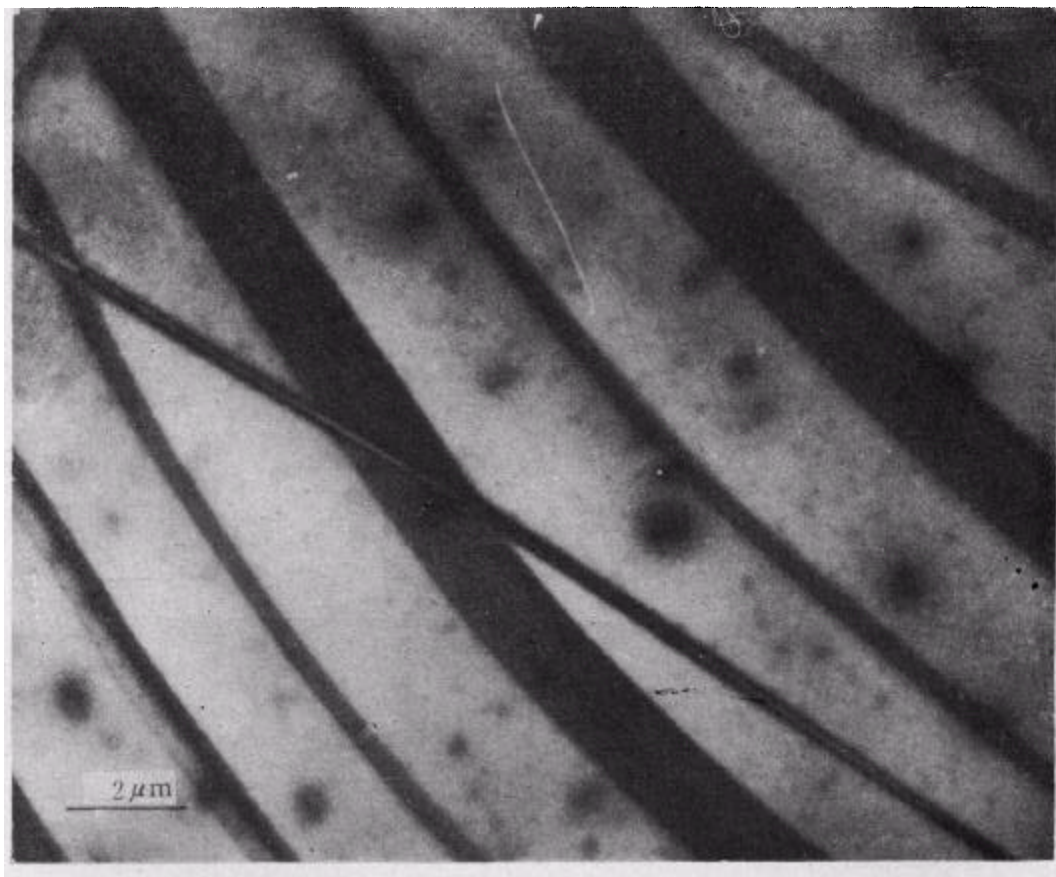


图 1 石墨衍射象

黑带为层错双重、三重带；层错内衬度没有变化，黑衬度区域比白衬度区域多一横向层错

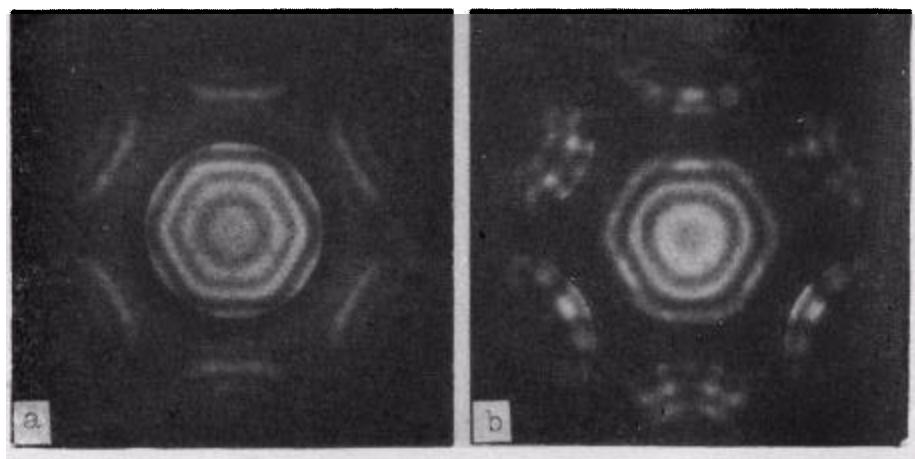


图 2

(a) 完整石墨(白衬度区域)  $[0001]$  带轴图样，明场和全图对称性均为  $6m$  (60kV)；  
(b) 单个层错(黑带)的  $[0001]$  带轴图样，明场和全图对称性均为  $3m$

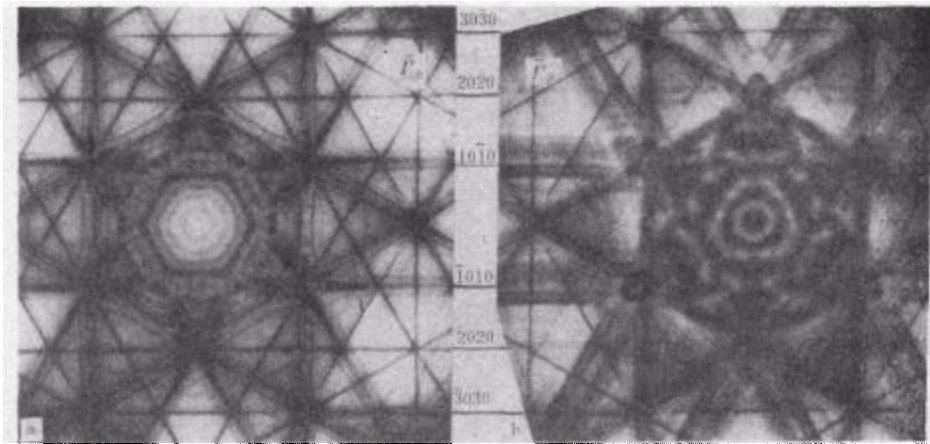


图 3

(a) 完整石墨大角 CBED 明场图样 (60kV); (b) 有层错石墨大角 CBED 明场图样  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{20\bar{2}0\}$  衍射分裂,  $\{30\bar{3}0\}$ ,  $\{11\bar{2}0\}$  衍射不分裂

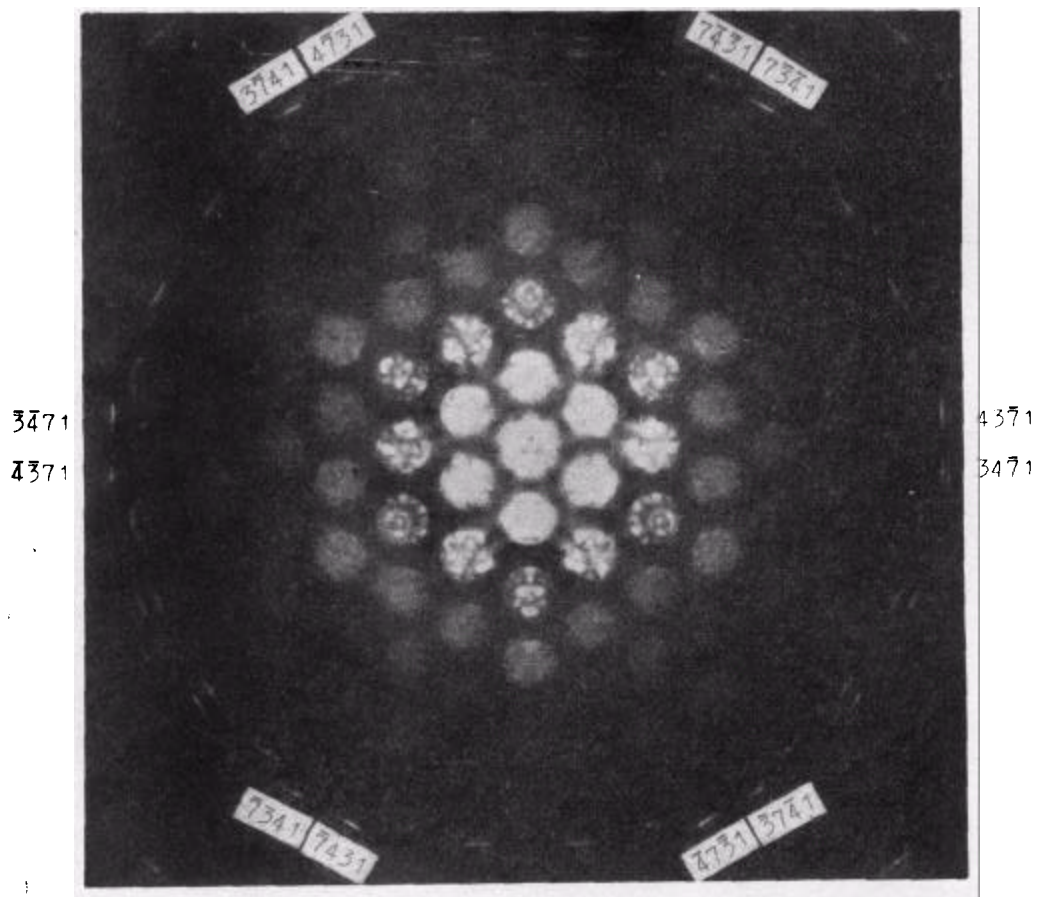


图 4 2H 辉钼矿  $[0001]$  低相机长度带轴图样 图样对称性为  $3m$ , 一阶劳厄带衍射也是  $3m$  对称 (100 kV)





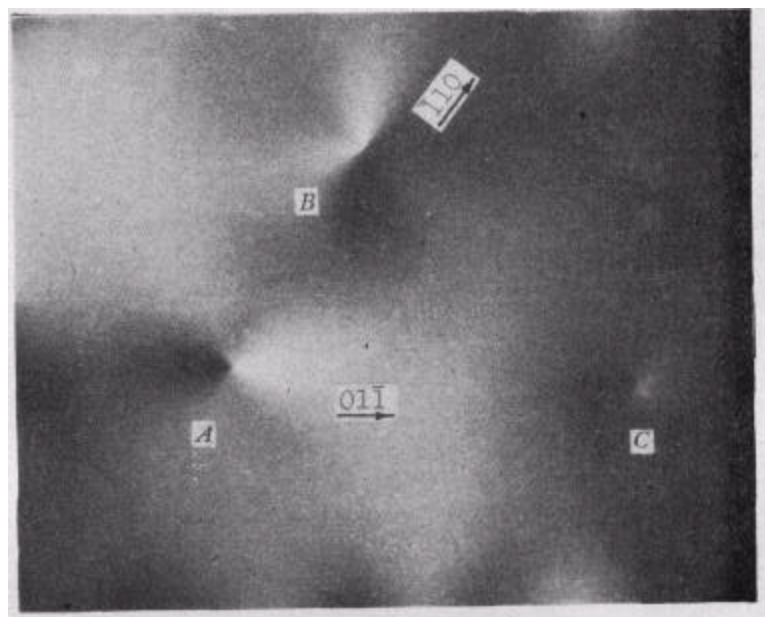
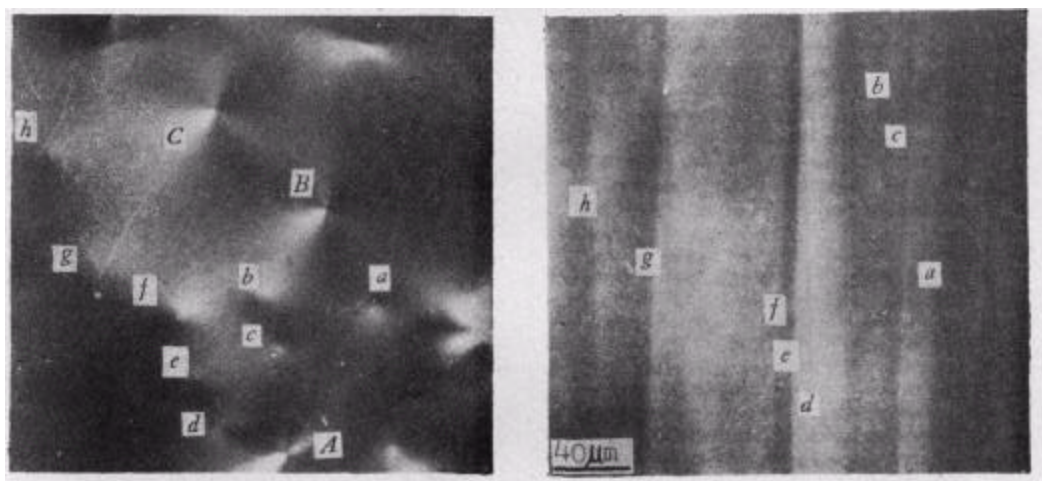


图 1 GGG 晶体中两种类型的双折射像



(a) 沿位错线观察的双折射像

(b) 垂直于位错线观察的双折射像  
(起偏镜方向与水平方向一致)

图 4 在 YAG 晶片中的双折射像

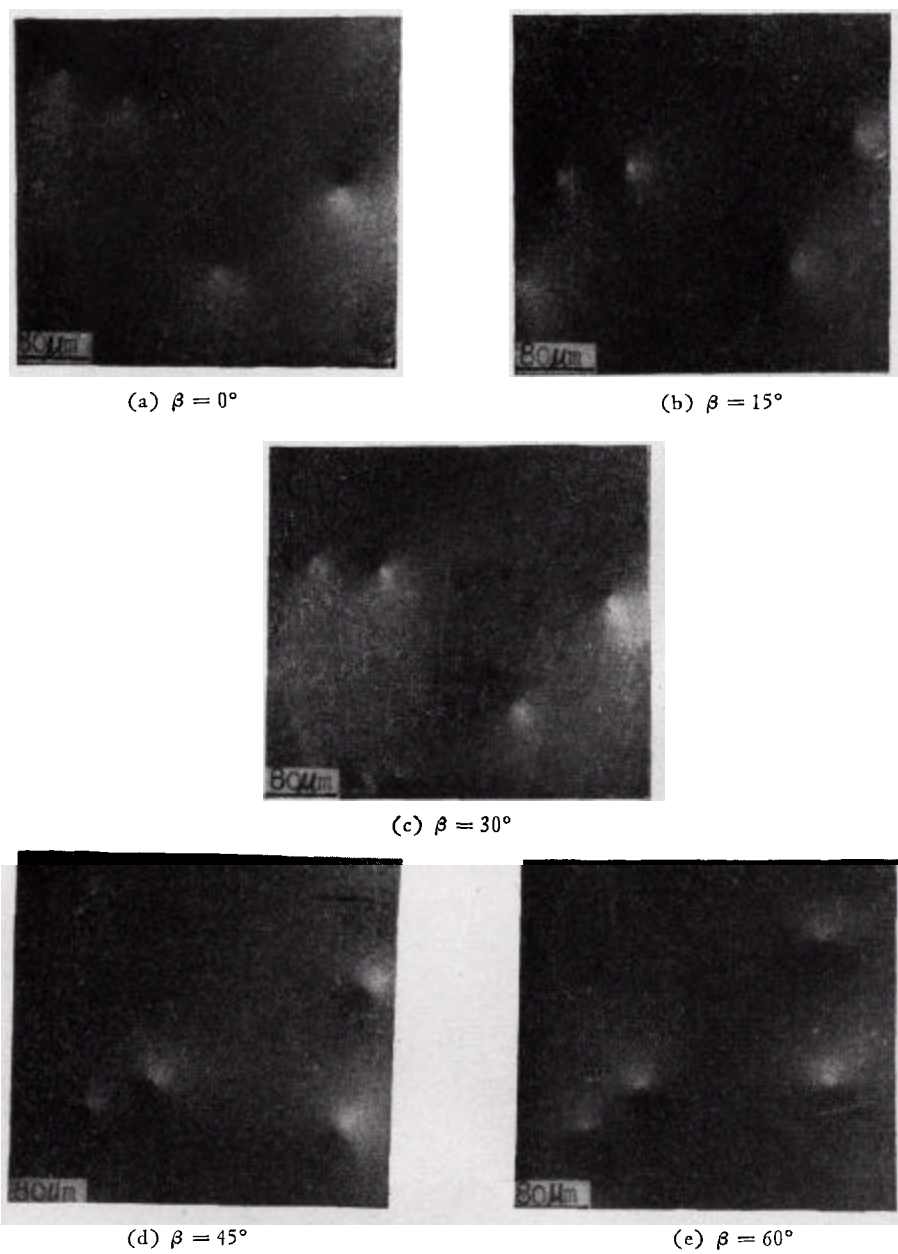
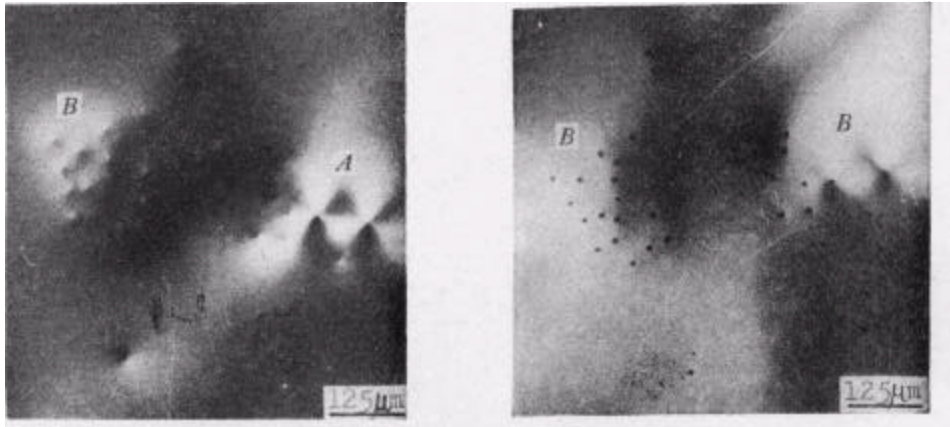


图 2 GGG 晶片中第二类应力双折射像

(a)一(e) 为晶片中  $[01\bar{1}]$  方向相对于起偏镜旋转不同角度后的图象,起偏镜与水平方向一致



(a) 双折射像

(b) 正交偏光下在样品的上表面上的蚀斑



(c) 样品下表面的蚀斑(平行偏光下)

图3 GGG 晶体中双折射像和蚀斑之间的关系