

均匀弯曲硅单晶 X 射线衍射行为

杨 平

(南京大学固体微结构物理国家实验室, 南京, 210008)

1991 年 3 月 26 日收到

本文研究均匀弯曲硅单晶的 X 射线衍射。实验得到的积分衍射强度随应变增强单调上升, 与理论结果一致。在截面形貌上, Pendellösung 条纹的可见度随着应变的增强而降低, 这反映了晶体内波场间相对强度差变大和波场轨迹的变化。

PACC: 6110; 4630C

一、引 言

当晶体内存在弹性畸变时, X 射线衍射的行为不同于完美晶体的情况。例如, 样品中应变的存在可使衍射峰变宽^[1]; 近完美晶体中位错周围的应变场也可以引起衍射强度的增强^[2]。许多学者研究了畸变晶体的 X 射线衍射现象: Meieran 和 Blech 在弯曲硅单晶中不对称劳厄(透射)情况下发现位错衬度反转的现象^[3]; Loxley 和 Tanner 在对称劳厄情况下观察, 认为这种反转不明显^[4]; 在布喇格(反射)情况下也发现 Pendellösung 条纹模糊和消失现象^[5,6]。在实验工作之前, 许多适用于畸变晶体的 X 射线动力学衍射理论已经出现^[7-10]。

均匀弯曲的情况下, 晶体中的位移场是平面的, 精确到一次项^[9]

$$u_r = 0, \quad (1a)$$

$$u_Q = (r - R)Q, \quad (1b)$$

R 为晶片的曲率半径, t 为晶体厚度, 则 $\alpha = t/R$ 正比于应变。Kato 应用程函理论计算了这种情况的衍射强度和波场的行为。在对称劳厄衍射几何情况下, 其解与完美晶体无异; 在不对称劳厄情况下, 结合能流理论^[11], 其结论为

1) 随着弯曲半径 R 的减小, 应变增强 (α 变大), 晶体内一支波场的衍射强度增强, 另一支减弱: 当衍射矢量 $\mathbf{h}$ 指向弯曲中心时, $\alpha > 0$, 第 1 支波占主导地位, 第 2 支波很弱; 当衍射矢量 $\mathbf{h}$ 反向弯曲中心时, $\alpha < 0$, 第 2 支波占主导地位, 第 1 支波很弱^[3,9,12]。

2) 晶体内波场能流的轨迹为一系列双曲线, 其较强波场的能流方向趋向衍射线方向^[9,12]。

二、实 验 方 法

本文的实验采用厚度为 $580\mu\text{m}$, 切片为(111)的硅单晶作为样品, 弯曲至曲率半径

为 9.5m。选择作衍射的区域是无位错或其它缺陷的完美区域。实验在 Elliott GX6 型转靶 X 射线机和 Marconi-Elliott 长光栏形貌相机上进行, 40kV, 25mA, $\text{MoK}\alpha_1$ 辐射, $\mu t = 0.89$ 。型号为 DM1-1 的 NaI 闪烁计数器被用来接收、测量衍射 X 射线的强度。ILFORD L4 50 μ 核乳胶底片被用来拍摄截面形貌。

为了确保实验中研究的弯曲是均匀弯曲, 即柱面弯曲, 使用图 1(a) 所示的四针弯曲夹具, 由两内针 I 和两外针 O 来压迫晶体。这四针是由不锈钢制成圆柱状, 在微动机构上可以驱动、滑移和固定。

用名为“ABAC”的计算机驱动程序自动测量和控制衍射峰的位置并调节均匀弯曲^[13]。如图 1(b) 所示, 在样品竖直方向上、下两边缘附近, 如 E, F 两点, 测量衍射峰的位置以及均方误差 σ , 用这两点均方误差的差值 $\Delta\sigma = \sigma_E - \sigma_F$ 来描述均匀弯曲。当 $\Delta\sigma$ 小于 3'' 时, 即被认为是均匀弯曲, 即柱面弯曲。仔细地调节四针的倾角, 最佳时本实验可得 $\Delta\sigma$ 为 0.7'' 的好结果。在水平方向上测量两点间的位置差和衍射峰角度差, 可得弯曲半径 R (见图 1(b))。

三、实验结果与讨论

在晶体置于不对称劳厄情况下, 测量 $(\bar{3}51)$, $(3\bar{5}\bar{1})$ 和 $(\bar{1}31)$ 衍射面的积分衍射强度, 列于表 1 中, 其中 γ_0 为 λ 射线与晶体表面法向夹角的余弦, γ_h 为衍射线与晶体表面法向夹角的余弦, θ_B 为布喇格角, $\alpha = t/R$ 正比于晶体的应变。

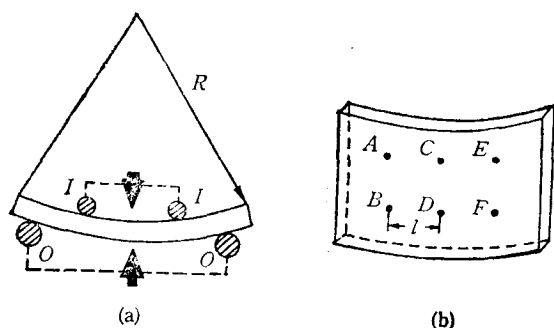


图 1 (a) 四针弯曲夹具示意图 图中的弯曲被大大地夸张;
(b) 晶体上边缘的 A, C, E 和下边缘的 B, D, F 用来调节均匀弯曲, 即均匀柱面弯曲。若 B, D (在同一水平线上) 的间距为 l 距离, 布喇格峰角度差为 $\Delta\theta$, 则弯曲半径为 $R = l/\Delta\theta$

度之比应为(见表 1)

$$\frac{I_{(\bar{3}51)}}{I_{(3\bar{5}\bar{1})}} = \frac{\cos 5.4^\circ}{\cos 40^\circ} = 1.3 \quad (\text{倍}).$$

由表 1, 实验数据为 $\frac{I_{(\bar{3}51)}}{I_{(3\bar{5}\bar{1})}} = \frac{1.0}{0.8} = 1.3 \quad (\text{倍}).$

这与理论计算(3)式相符。若与 $(\bar{1}31)$ 面衍射相比较, 实验与理论计算亦有一致的结果。

2) 积分衍射强度随应变变化的趋势 图 2 和图 3 显示积分衍射强度与 α 值的关系

1) 无弯曲时完美晶体的积分衍射强度 由 Kato 理论^[9], 在无弯曲即 $R \rightarrow +\infty$ 时, 其积分衍射强度趋于完美晶体的动力学衍射理论的结果^[14]

$$I_h = \frac{\pi}{2} \sqrt{\frac{\gamma_h}{\gamma_0}} \frac{|\chi_h| P}{\sin 2\theta_B}, \quad (2)$$

其中 χ_h 为晶体极化率因数的傅里叶系数, $P = 1$ 或 $\cos 2\theta_B$, 为偏振因数。

由于无法定标, 只能比较各衍射面间的相对强度。例如, 对于 $(\bar{3}51)$ 与 $(3\bar{5}\bar{1})$, 由于吸收较弱, 认为极化率因数绝对值 $|\chi_h|$ 是相等的, 其积分衍射强

表 1 积分衍射强度的实验数据

衍射面 h	弯曲半径 $R(\text{m})$	α (相对值)	积分衍射强度 (10^3cps)
(351) $\begin{cases} \gamma_0 = \cos 40^\circ \\ \gamma_h = \cos 5.4^\circ \\ 2\theta_B = 45.4^\circ \\ \alpha < 0 \end{cases}$	∞	0	1.0
	96	-1.0	1.4
	72	-1.4	1.7
	51	-2.0	2.0
	31	-3.2	4.0
	21	-4.5	5.5
	9.5	-11	12
(35 $\bar{1}$) $\begin{cases} \gamma_0 = \cos 5.4^\circ \\ \gamma_h = \cos 40^\circ \\ 2\theta_B = 45.4^\circ \\ \alpha > 0 \end{cases}$	∞	0	0.8
	132	0.73	1.0
	96	1.0	1.2
	72	1.4	1.4
	51	2.0	1.7
	31	3.2	3.6
	21	4.5	5.5
	9.5	11	9.7
$(\bar{1}31)$ $\begin{cases} \gamma_0 = \cos 45^\circ \\ \gamma_h = \cos 20^\circ \\ 2\theta_B = 25^\circ \\ \alpha > 0 \end{cases}$	∞	0	2.1
	156	1.2	2.3
	122	1.6	2.6
	65	3.0	3.0
	44	4.4	4.0
	28	6.8	7.3
	18	10.6	10

注: $(\bar{1}31)$ 衍射中的 α 值比其它两组数据取值大一倍。

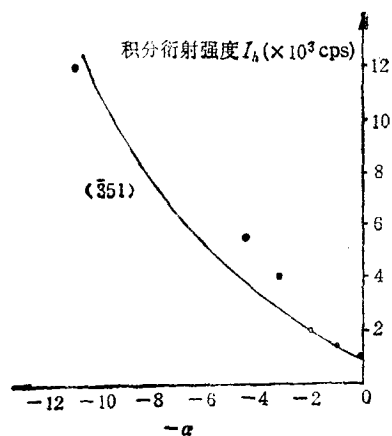


图 2 实验上测得的积分衍射强度(衍射面为(351))
当应变增强时,衍射强度单调上升

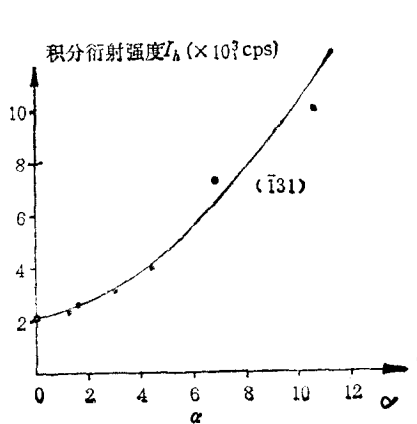


图 3 实验上测得的积分衍射强度(衍射面为 $(\bar{1}31)$)
当应变增强时,衍射强度单调上升

曲线,它们随着 $|\alpha|$ 值增大(应变增大)而单调上升。由于本文选用的样品吸收较弱($\mu t = 0.89$),因此,它近似于无吸收的结果。事实上,与 Kato 的结果相比^[9],其趋势完全一致。注意:在大 $|\alpha|$ 值时,衍射强度对曲线偏离较大。这可能与实验中不稳定因素,如振动

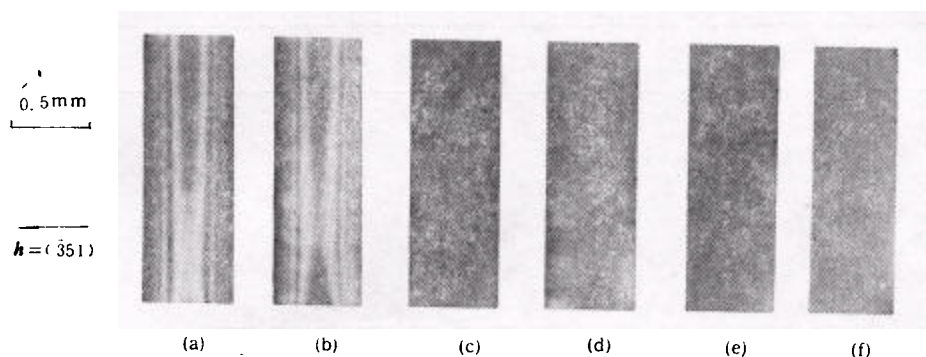


图4 (351) 衍射的截面形貌 ($\text{MoK}\alpha_1$, 进光面: $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $26\times$) 弯曲半径和曝光时间: (a) 为无弯曲, 11h; (b) 为131m, 11h; (c) 为96m, 11h; (d) 为72m, 9.6h; (e) 为51m, 7.5h; (f) 22m, 2.3h

等引起弯曲半径变化有关。

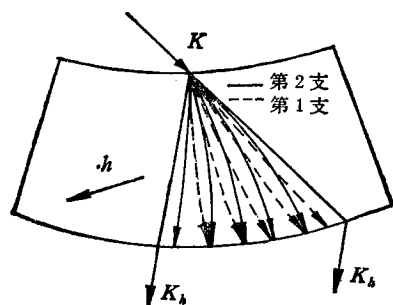


图5 $\alpha < 0$ 不对称劳厄情况的弯曲晶体内的波场第1支波较弱(虚线);第2支波较强(实线);波场的轨迹为双曲线

3) 晶体内的波场 图4为 $(\bar{3}51)$ 衍射的截面形貌相照片。可以看到: 由于衍射强度的增强, 拍好一张照片所需的曝光时间不断减小; 而另一方面, Pendellösung 条纹的可见度不断下降, 条纹最终消失。这是因为晶体内第2支波场增强, 第1支波场变弱, 且能流的轨迹变为双曲线而引起的。这可以从晶体其它区域中位错的截面形貌中明显地反映波场轨迹变化方向而推断出^[12]。图5给出 $\alpha < 0$ 情况的弯曲晶体中波场的示意图。图5中较弱的第1支波用虚线表示; 而较强的第2支波用实线表示。

四、小 结

本文给出弯曲硅单晶的积分衍射强度和波场。由于吸收较弱 ($\mu t = 0.89$), 属轻度吸收情况, 验证了 Kato 的理论计算。还可以选用较厚的晶体, 使 $\mu t > 1$, 得到高吸收下弯曲晶体的衍射行为。

若在(1)式中考虑到位移场的二次或更高级的小量, 在对称劳厄情况下也应能观察到和不对称劳厄情况相似的现象。当然, 其效应可能很弱。进一步的工作有待继续。

本文的实验工作是在英国 Durham 大学完成的。作者感谢 Tanner 教授的指导, Green 博士和 Loxley 博士的帮助; 还感谢南京大学冯端教授和蒋树声教授的指导, 邱燕女士在本文写作过程中给予的帮助。

[1] 杨子兴、漆璠, X射线衍射分析, 上海交通大学出版社, (1983), 177页。

[2] 许顺生、冯端主编, X射线衍射衬度相学, 科学出版社, (1987), 79页。

- [3] E. S. Meieran & I. A. Blech, *J. Appl. Phys.*, **43**(1972), 265.
- [4] N. Loxley & B. K. Tanner, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **82**(1987), 209.
- [5] Haydn Chen, *Materials Letters*, **4**(1986), 65.
- [6] J. Bak-Misiuk, J. Gronkowaski, J. Hartwig & W. Wierzchowski, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **99**(1987), 345.
- [7] P. Penning & D. Polder, *Philips Res. Report*, **16**(1961), 419.
- [8] S. Takagi, *Acta Cryst.*, **15**(1962) 1311; *J. Phys. Soc. Japan*, **26**(1969), 1239.
- [9] N. Kato, *J. Phys. Soc. Japan*, **18**(1963), 785; *ibid.*, **19**(1964), 67; *ibid.*, **19**(1964), 971.
- [10] F. N. Chuknoskii & P. V. Petrashen, *Acta Cryst.*, **A33**(1977), 311.
- [11] N. Kato, *Acta Cryst.*, **13**(1960) 349.
- [12] 杨平, 博士论文, 南京大学, (1990), 28页.
- [13] N. Loxley, Ph. D. Thesis, Durham Univ., UK. (1988), Chapter 4.
- [14] Z. G. Pinsker, *Dynamical Scattering of X-rays in Crystals*, Springer-verlag, Berlin, (1978), p. 121.
- [15] P. Yang (杨平), G. S. Green & B. K. Tanner, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **100**: Microsc. Semicond. Mater. Conf., Oxford, (1989).

BEHAVIOUR OF X-RAY DIFFRACTION FROM UNIFORMLY BENT Si CRYSTAL

†
YANG PING

National Laboratory of Solid State Microstructures, Nanjing University, Nanjing, 210008

(Received 26 March 1991)

ABSTRACT

X-ray diffraction from uniformly bent Si crystal has been studied. The experimental integrated diffraction intensity rises monotonically with the strain in the crystal, this coincides with the theory. The visibility of Pendellösung fringes becomes poorer as the strain goes up, this reflects the increase of intensity difference between the wave fields and variation of the trace of the wave fields in the crystal.

PACC: 6110; 4630C