

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РСФСР ПО ДЕЛАМ НАУКИ И ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ
КУЙБЫШЕВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
Кафедра физики твердого тела

ПРАКТИКУМ ПО СПЕЦИАЛЬНЫМ МЕТОДАМ
РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Лабораторная работа № 3

ИССЛЕДОВАНИЕ СУБСТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ
МЕТОДОМ ФУДЖИВАРА

Куйбышев 1990

Составитель: канд. физ.-мат. наук, доцент А.В. Покоев
Отв. редактор: докт. техн. наук, профессор А.А. Жигнов

Цель работы – определение размеров и углов дезориентации субзерен монокристалла кремния.

I. Методы исследования дефектов кристаллических структур

Степень совершенства структуры значительно влияет на физические свойства кристаллов. Это обстоятельство выдвинуло актуальную задачу: разработку методик и приборов для исследования и контроля строения кристаллов. Интересно провести сравнительную характеристику наиболее известных и распространенных методов исследования дефектов кристаллических структур.

Метод подсчета ямок травления позволяет получить косвенные сведения о пересечении дислокаций с поверхностью кристалла, но не дает представления о прохождении дислокаций внутри материала. Кроме того, результаты сильно разнятся в зависимости от травителя, угла разориентировки между кристаллографической плоскостью и плоскостью среза.

Декорирование дислокаций дает возможность проследить ход отдельных дислокаций внутри кристалла. Недостатком является введение посторонней примеси, необходимость использования сложной аппаратуры. Декорирование закрепляет дислокации, мешает их подвижности и применимо лишь к кристаллам, достаточно прозрачным в видимой и инфракрасной областях спектра.

Электронная микроскопия дает наиболее высокую разрешающую способность по сравнению с другими методами. Основной недостаток: разрушение образца в процессе приготовления достаточно тонких пленок порядка 10^{-3} А.

Рентгеновская топография относится к неразрушающим методам. Существенным недостатком является отсутствие теории формирования изображения дефектов. Метод позволяет обнаружить границы субзерен, дефекты упаковки, выделение примесей, скопление дислокаций и даже отдельные дислокации.

Разрешающая способность невелика, приблизительно 5 мкм. Получение изображения различного типа несовершенств обусловлено различием между интенсивностью лучей, дифрагированных несовершенными и совершенными областями кристаллической решетки.

Целью данной работы является освоение и практическое применение одного из методов так называемой рентгеновской топографии.

2. Основы рентгеновской дифракционной топографии. Метод Фудживара

Исследование поверхности монокристалла с помощью рентгеновских лучей можно провести двумя способами: либо применяя точечный источник и белое излучение, либо линейный источник и характеристическое излучение. В этих случаях каждая точка интерференционного пятна соответствует только одной точке на поверхности монокристалла.

Сущность метода рентгеновской топографии – в получении изображения данного кристалла в результате фиксирования на фотопленке отдельного рефлекса и в возможности сопоставления отдельных деталей изображения с конкретными точками объекта. Для исследования подходят образцы с небольшой плотностью дислокаций (10^5 – 10^6 см^{-2}). В противном случае весь кристалл рассеивает рентгеновские лучи как "идеально мозаичный", и интенсивность рефлекса складывается из суммы интенсивностей отражений всех участков кристалла, некогерентных друг с другом. Поэтому рефлекс получается равномерно зачерненным.

Метод Фудживара. В этом методе используется съемка на просвет. Образец и пленку располагают перпендикулярно оси расходящего пучка рентгеновских лучей, идущего от острофокусной рентгеновской трубки (рис.1).

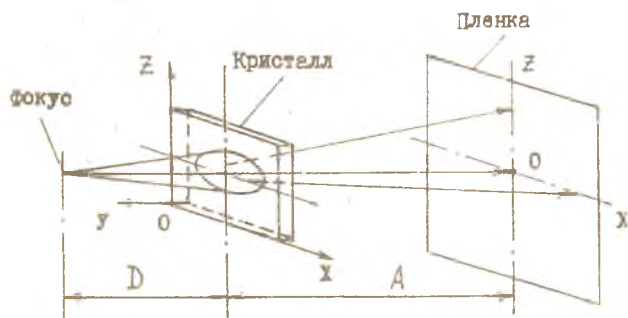


Рис.1. Схема съемки по методу Фудживара

На пленке возникает картина лауэвских пятен с наложенными на них линиями характеристического излучения. Каждое пятно отображает топографическую картину строения кристалла, спроектированную в

соответствии с ориентацией отражающей плоскости. Если исследуемый кристалл состоит из дезориентированных друг относительно друга блоков, то интерференционные пятна на рентгенограмме также имеют сложное строение и состоят из совокупности рефлексов от отдельных блоков. По структуре этих пятен оценивается размер элементов субструктуры и углы дезориентации между ними.

Границы между субструктурными составляющими проявляются в виде светлых и темных линий. Если два зерна дезориентированы так, что пучки лучей, отраженных ими, сходятся и при этом частично перекрываются, то граница между зернами выглядит как темная линия. Если лучи, отраженные соседними субзернами, расходятся, то граничная область проявляется в виде белой линии (рис.2.).

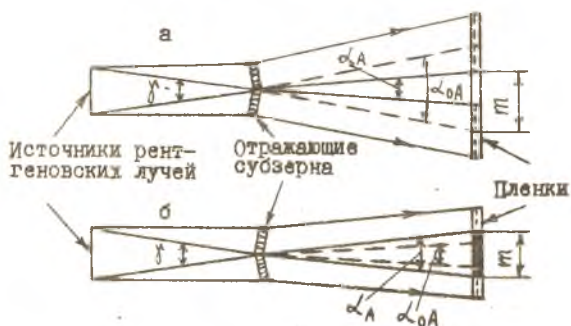


Рис.2.Образование светлых (а) и темных (б) граничных полос на микрорентгенограммах

Ширина граничной области M определяется углом дезориентации и расстоянием образец-пленка. Границы между субструктурными элементами при больших расстояниях являются только белопольными. Это обусловлено тем, что при удалении фотопленки от образца ширина M увеличивается, и когда она становится больше ширины рефлексов от отражающих соседних структурных элементов, между ними появляется белое поле.

На интерференционных пятнах, полученных методом Фудживара, можно также выявлять дислокационную структуру. На микрорентгенограммах искаженные участки решетки, окружающие дислокацию, прояв-

ляются как области повышенной интенсивности. Одновременное получение отражений от нескольких плоскостей делает возможным определение вектора Бюргерса по одной рентгенограмме.

Большим достоинством метода является то, что нет необходимости устанавливать кристалл в отражающее положение. К недостаткам следует отнести тот факт, что белое излучение дает меньший контраст изображения по сравнению с характеристическим.

3. Условия рентгено съемки и используемые характеристики метода Фудживара

Геометрические условия съемки. При выборе геометрических условий съемки для исследования несовершенств в кристаллах следует прежде всего учитывать требуемое разрешение дефектов на пленке. При этом необходимо различать линейное и угловое разрешение.

Линейное разрешение – минимальное расстояние между двумя точками объекта, которые дают раздельные изображения на пленке.

Угловое разрешение – минимальный угол дезориентации двух субструктурных составляющих, при котором эти составляющие дают раздельное изображение.

Следует также различать разрешение в двух взаимно-перпендикулярных направлениях: азимутальном (антибразгговском) и радиальном (бразгговском).

Рассмотрим сначала линейное разрешение. Очевидно, для получения наибольшего линейного разрешения необходимо, чтобы изображение каждой точки объекта было минимальным.

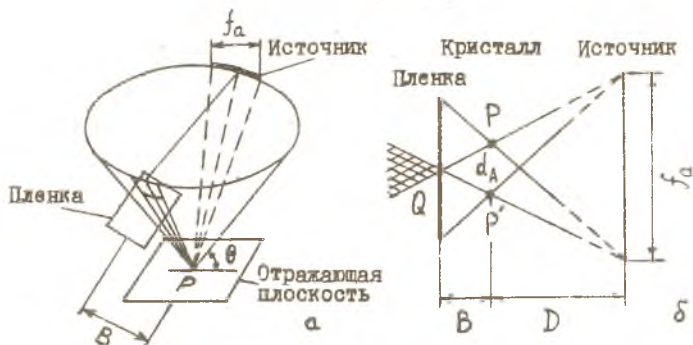


Рис.3. Схема геометрического разрешения

Рассмотрим некоторую точку Р на поверхности образца (рис.3а). Геометрическим местом лучей, которые могут страгиваться от этой точки, является поверхность конуса с углом полураствора $\pi/2 - \theta$, ось которого перпендикулярна к отражающей плоскости; f_a - линия пересечения фокуса трубки с конусом, то есть размеры фокуса в азимутальном направлении. От точки Р отражаются те лучи из падающего пучка, которые лежат на поверхности указанного конуса. Угол сходимости падающих лучей на точку Р будет равен f_a/D , где D - расстояние от фокуса до образца. Тогда величина рефлекса от точки Р будет равна $f_a B/D$, где B - расстояние от образца до интерференционного пятна. Две точки на поверхности образца Р и Р' будут разделены, если их рефлексы не перекрываются. Рассмотрим картину в плоскости, перпендикулярной плоскости падения (рис.3б).

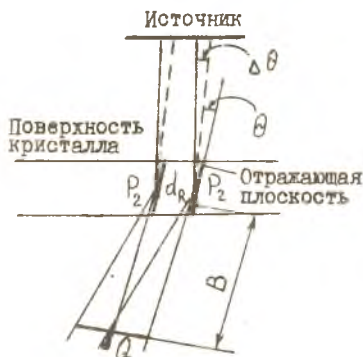


Рис.4.Разрешение в радиальном направлении

Линейное разрешение в азимутальном направлении определяется из соотношения:

$$d_A = f_a B / (B + D). \quad (1)$$

В радиальном направлении от каждой точки кристалла отражаются только лучи, удовлетворяющие условию Вульфа-Ерзгга. Поэтому при съемке в монохроматическом излучении линейное разрешение в радиальном направлении не зависит от размера фокуса в этом направлении, а определяется спектральной шириной линии $\Delta\theta$ (рис.4):

$$d_R = B \Delta\theta. \quad (2) \quad 7$$

При съемках в белом излучении линейное разрешение в радиальном направлении подсчитывается по формуле:

$$d_R = f_R B / (B + D), \quad (3)$$

где f_R - размер фокуса в радиальном направлении.

Таким образом, увеличение линейного разрешения достигается путем уменьшения размеров источника излучения, увеличения расстояния между образцом и пленкой.

Угловое разрешение. Поскольку от каждой точки в азимутальном направлении отражается пучок лучей в угловом диапазоне, определяемом углом сходимости падающего пучка χ_A , то минимальный угол дезориентации субзерен в этом направлении $\delta_A^{(min)}$, при котором они дадут раздельное изображение, определяется из соотношения:

$$\delta_A^{(min)} = (m_A^{(min)} \pm B\chi_A) / (2B \sin \theta), \quad (4)$$

где $m_A^{(min)}$ - минимальная ширина области, отделяющей на рентгенограмме рефлексы от двух субзерен в азимутальном направлении;

B - расстояние от образца до пятна;

χ_A - угол сходимости падающего пучка;

"+" соответствует случаю темной граничной области,

"-" соответствует светлой границе.

Для получения отражения от всех субструктурных составляющих, дезориентированных в радиальном направлении, падающий пучок должен содержать либо достаточный набор углов падения, либо достаточный набор длин волн. При съемке в белом излучении условия Вульфа-Брэгга удовлетворяются за счет набора длин волн. Минимальный угол дезориентации субзерен в радиальном направлении, при котором эти субзерна дают раздельные изображения на пленке:

$$\delta_R^{(min)} = (m_R^{(min)} / B \pm \chi_R) / 2. \quad (5)$$

Для наибольшего разрешения при изучении субструктуры необходимо иметь малый угол расходимости, большие расстояния образец-пленка.

Спределение параметров субструктуры кристаллов

Определение размеров субзерен. Для полной характеристики субструктуры образца достаточно рассмотреть два пятна: одно - на вертикальном диаметре пленки, другое - на горизонтальном. Размер зерен и субзерен определяют по рентгенограммам путем непосредствен-

ного измерения рефлексов от соответствующих рефлексов структурных составляющих и экстраполяцией полученных величин на поверхности образца.

Линейный размер субзерна в отражающей плоскости определяют по формуле:

$$S = (b_1 - A_1 \Delta b / \Delta A) / \sin \theta, \quad (6)$$

где b_1 - размер соответствующего интерференционного пятна на пленке, помещенной на расстоянии A_1 от поверхности образца;

Δb - разность размеров интерференционных пятен на пленках при различных расстояниях образец-пленка ΔA .

Размер субзерен в направлении оси ОХ (рис.1) определяется по интерференционному пятну, расположенному на вертикальном диаметре пленки. Это пятно получено отражением от плоскости, наклоненной к горизонтальной плоскости ХОУ на сравнительно небольшой угол поворотом относительно оси ОХ. При таком повороте изображение на пленке размера ОХ будет увеличено только за счет расходимости отраженного пучка.

Размер субзерен в направлении ОZ определяется по пятну, расположенному на горизонтальном диаметре пленки.

Определение углов дезориентации. Углы дезориентации рассчитывают по ширине темных и светлых полос между рефлексами. Для получения расчетной формулы для угла дезориентации в формулах (4) и (5) заменяют расстояние между образцом и интерференционным пятном В на расстоянии между образцом и пленкой А. Соотношение между В и А (рис.5) имеет вид:

$$B = A / \cos 2\theta.$$

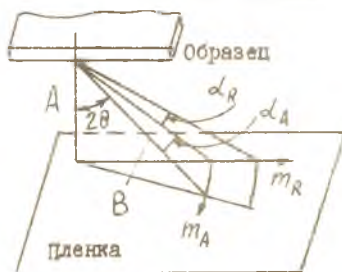


Рис.5. К определению угла дезориентации

После замены получается следующее выражение для определения угла дезориентации в азимутальном направлении:

$$\delta_A = m_A \cos 2\theta / (2A \sin \theta) \pm \gamma_A / (2 \sin \theta), \quad (7)$$

и в радиальном направлении:

$$\delta_R = (m_R \cos^2 2\theta / A \pm \gamma_R) / 2. \quad (8)$$

Угол дезориентации можно считать по смещению в радиальном направлении характеристических линий на рефлексах от отдельных блок:

$$\delta_R = m_R \cos^2 2\theta / (A + B). \quad (9)$$

где m_R — величина сдвига характеристической линии, D — расстояние от фокуса до образца.

5. Порядок выполнения работы

5.1. Условия эксперимента

Исследуемый образец представляет собой заведомо блочный кристалл кремния, изготовленный из плоскопараллельных пластин кремния транзисторной чистоты. Толщина пластин составляет 0,5–3,0 мм. Для съемок используется острофокусная рентгеновская трубка типа ЕС-1; размер фокуса ϕ 100 мкм. Образцы устанавливают так, чтобы центральный луч первичного пучка был перпендикулярен поверхности образца. Съемку производят при различных расстояниях фокус-образец (100, 300, 400, 600 мм) и образец-пленка (30, 120, 160, 210, 260 мм).

Качество получаемой рентгенограммы существенно зависит от состояния поверхности образца. Рекомендуется предварительное травление или химическая полировка.

Полученная методом Фудживара рентгенограмма представляет собой картину увеличенных лауэвских пятен. Для определения угла дезориентации блоков используют два пятна, одно из которых расположено на горизонтальном диаметре пленки, другое — на вертикальном.

5.2. Задания

1. Определить размеры субзерен кристалла в направлениях OX и OZ . Сравнить полученные значения с реальными размерами фрагментами структуры используемого образца (данные предоставляются руководителем работ).

2. Рассчитать углы дезориентации в азимутальном и радиальном направлениях.

3. Составить отчет с выводами о субструктуре кристалла.

6. Контрольные вопросы и задания

1. Какими соображениями руководствуются при выборе оптимальных условий рентгеносъемки в методе Фудживара?
2. Как влияют размеры фокуса рентгеновского источника на определяемые характеристики метода?
3. Оценить минимальное угловое и линейное разрешение, реализованное в условиях проведенного эксперимента.
4. Каким требованиям должен удовлетворять кристалл при исследовании его методом Фудживара?
5. Вывести формулу (6).

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Уманский Я.С. Рентгенография металлов. М.:Металлургия. 1967
2. Русаков А.А. Рентгенография металлов. М.:Атомиздат. 1977.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

1. Работа с рентгеновским аппаратом РЕИС-I требует специальной подготовки, поэтому включение аппарата производит только лицо имеющее на это разрешение.
2. Необходимо следить, чтобы во время рентгеносъемки в зону излучения аппарата не было доступа работающим лицам.
3. Юстировочные работы производить на пониженных режимах с максимальным использованием защитных средств.

Подписано в печать 14.11.90 . Формат 60х84/16.
Бумага оберточная белая. Печать оперативная. Объем 0,75 печ.л.
Тираж 100 экз. Бесплатно. Заказ № 159
Куйбышевский госуниверситет. 443 011, г.Куйбышев, ул. акад.
Павлова, 1
Отпечатано на РИИ КИОВТИ