

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ
ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.73

ОСОБЕННОСТИ СЕКЦИОННЫХ ТОПОГРАММ ПРИ
МНОВОВОЛНОВОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ© 2016 г. В. Г. Кош, И. А. Смирнова¹*Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва*¹*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка**E-mail: kohnvict@yandex.ru*

Поступила в редакцию 05.10.2015 г.

Исследуется эффект искажения интерференционных полос на секционных топограммах монокристалла при многоволновой дифракции рентгеновских лучей. Теоретически и экспериментально рассмотрены отражения 220 и 400 в кристалле кремния в форме пластины с поверхностью, ориентированной перпендикулярно направлению [001]. На одной и той же секционной топограмме для отражения 400 и MoK_{α} -излучения обнаружены пять случаев многоволновой дифракции при малых значениях азимутального угла, а на топограмме для отражения 220 зафиксированы два случая многоволновой дифракции. Все случаи соответствуют различным комбинациям векторов обратной решетки. Точные теоретические расчеты секционных топограмм для обнаруженных случаев многоволновой дифракции выполнены впервые. На секционных топограммах наблюдаются две различные области искажений. В центральной области структура искажений весьма сложная и резко зависит от азимутального угла. На “хвостах” многоволновой области наблюдается сдвиг двухволновых интерференционных полос, который удается обнаружить даже при использовании лабораторного рентгеновского источника.

DOI: 10.7868/S0023476116040111

ВВЕДЕНИЕ

Секционная топография монокристаллов кремния с высокой степенью совершенства кристаллической решетки позволяет обнаруживать и успешно идентифицировать отдельные дефекты структуры, например дислокации и дефекты упаковки, по их влиянию на картину интерференционных полос совершенного кристалла за счет дальних полей деформаций. Метод был предложен Като и Лангом [1] и состоит в том, что перед кристаллом устанавливается узкая щель шириной d , ограничивающая пучок рентгеновских лучей в одном направлении. Динамическая дифракция такого пучка в кристалле приводит к его расширению. При этом засвечивается так называемая палатка Бормана, сторонами которой являются векторы падающей s_0 и отраженной s_n волн. Если толщина кристалла t велика, то ширина отраженного пучка в перпендикулярном направлении становится равной $D = d + 2t \sin \theta_B \gg d$.

Интерференция падающей и отраженной волн приводит к появлению полос светлого и темного контраста, причем расстояние между полосами в центре картины больше, чем размер щели, и щель не портит центральные полосы интерференции даже в случае низкой пространственной когерентности излучения. Дефекты структуры кристалла спо-

собны исказить полосы за счет деформации кристаллической решетки. Но есть еще один источник искажения полос даже в отсутствие дефектов. Если угловой размер источника вдоль полосы мал, то разные участки топограммы в этом направлении соответствуют разным значениям азимутального угла. При некоторых значениях реализуются условия многоволновой дифракции, и возникают другие отраженные пучки. Искажение полос происходит за счет изменения характера взаимодействия излучения с кристаллом.

Теория многоволновой дифракции первоначально была построена для плоской падающей волны и бесконечной кристаллической пластины [2–4]. Она изучает угловые зависимости отражения падающего пучка. Для толстого кристалла в геометрии Лауэ (на просвет) угловые зависимости имеют очень тонкую структуру, для регистрации которой нужны прецизионные коллиматоры [5–7]. В лабораторном эксперименте секционная топография позволяет исследовать многоволновую дифракцию более простыми средствами, однако теоретически необходимо вычислять преобразование Фурье по полярному углу после расчета угловой зависимости.

Особенности секционных топограмм при многоволновой дифракции изучались в [8] с ис-

пользованием синхротронного излучения с высоким разрешением по азимутальному углу, однако точные теоретические расчеты не проводились. В [9] такой расчет был выполнен для трех случаев многоволновой дифракции, выявленных на топограмме кристалла кремния с поверхностью, перпендикулярной направлению [001], для отражения 400. Результаты расчета хорошо совпали с картиной интерференционных полос, полученной при использовании лабораторного источника и низком разрешении по азимутальному углу. Настоящая работа является продолжением [9]. В ней представлены результаты исследования еще двух случаев многоволновой дифракции, выявленных на топограмме для отражения 400, а также двух случаев для отражения 220.

Преимущество рассматриваемой схемы эксперимента состоит в том, что все случаи многоволновой дифракции наблюдаются на одной и той же топограмме без вращения кристалла. Задача определения дополнительных отражений по известному значению азимутального угла имеет самостоятельное значение. Представлено решение этой задачи, а также метод расчета топограмм.

ТЕОРИЯ И МЕТОД РАСЧЕТА

Для поиска дополнительных отражений на секционной топограмме при заданных полярном угле θ и азимутальном угле φ в плоскостях, перпендикулярной и параллельной топограмме, удобно использовать систему координат, связанную с кристаллом. В данном случае нормаль к поверхности кристалла \mathbf{n}_0 направлена по оси [001],

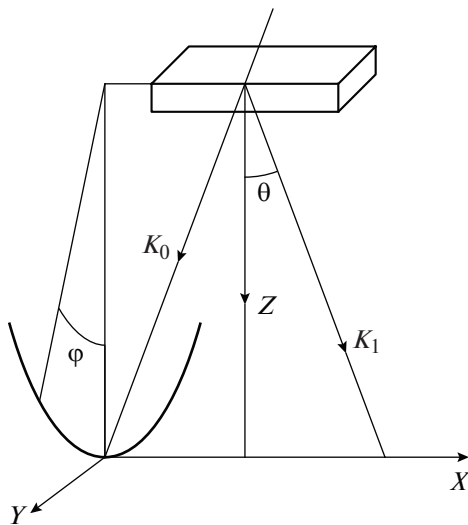


Рис. 1. Геометрическая схема дифракции в случае секционной топографии, определяющая углы θ и φ . Здесь \mathbf{k}_0 — волновой вектор падающей волны, \mathbf{k}_1 — волновой вектор отраженной волны в двухволновом случае.

которую примем за ось Z . Соответственно, оси X и Y направим вдоль осей [100] и [010] кубического кристалла. Углы θ и φ определяют направление падающего пучка, а точнее, координаты переменного волнового вектора \mathbf{k}_0 плоской волны падающего излучения (рис. 1). В этом случае используются другие оси X и Y , направленные параллельно и перпендикулярно вектору обратной решетки.

На секционной топограмме для отражения 400 обе системы координат совпадают, и вектор $\mathbf{k}_0 = K\mathbf{s}_0$, $\mathbf{s}_0 = (-\sin\theta, \cos\theta\sin\varphi, \cos\theta\cos\varphi)$, где $K = 2\pi/\lambda$ — волновое число, λ — длина волны рентгеновского излучения. Легко понять, что угол θ равен углу Брэгга для отражения 400, $\sin\theta = 2\lambda/a$, где a — постоянная решетки кристалла. Задача состоит в том, чтобы при заданном значении углов θ и φ протестировать все векторы обратной решетки кристалла с индексами Миллера (n_1, n_2, n_3) и найти такие, которые наилучшим образом удовлетворяют условиям Брэгга. Эти условия можно записать в виде:

$$\alpha = (S_x^2 + S_y^2 + S_z^2 - 1) < 10^{-5},$$

$$S_x = -\sin\theta + An_1, \quad S_y = \cos\theta\sin\varphi + An_2, \quad (1)$$

$$S_z = \cos\theta\cos\varphi + An_3$$

где $A = \lambda/a = \sin\theta/2$, n_1, n_2, n_3 — целые числа. Для кристалла кремния нужно выбирать только четно-четные или нечетно-нечетные комбинации.

В [9] показано, что при $\varphi = 0$ реализуется четырехволновой случай $(220; 400; \bar{2}\bar{2}0)$, при $\varphi = 4.938$ мрад — четырехволновой случай $(400; 5\bar{3}\bar{1}; \bar{1}\bar{3}\bar{1})$, а при $\varphi = -4.938$ мрад — симметричный случай $(400; 5\bar{3}\bar{1}; \bar{1}\bar{3}\bar{1})$. В настоящей работе дополнительно представлен фрагмент экспериментальной топограммы, а также результат теоретического расчета для четырехволнового случая $(400; 6\bar{4}\bar{2}; \bar{2}\bar{4}\bar{2})$, который реализуется при $\varphi = 41.674$ мрад. Соответственно, существует симметричный случай для отрицательного значения угла φ и векторов с противоположным знаком компоненты u .

Следует отметить, что расчет по формулам (1) для каждого значения азимутального угла требует много времени. Однако результат можно получить быстрее. Для этого достаточно просто отметить те векторы обратной решетки, которые дают минимальное значение параметра α . Затем по двум векторам обратной решетки и заданному значению угла θ , т.е. заданной длине волны излучения, нужно определить координаты вектора \mathbf{s}_0 , как это описано в [4], а затем из координат определить точное значение угла φ , снова используя формулы (1).

На секционной топограмме для отражения 220 в системе координат топограммы (рис. 1) ось X

параллельна $c[110]$, а ось Y параллельна $c[\bar{1}10]$, где $c = 2^{-1/2} = 0.7071$. Координаты вектора \mathbf{s}_0 в системе координат кристалла равны $\mathbf{s}_0 = (-c[\sin\theta + \cos\theta\sin\varphi], -c[\sin\theta - \cos\theta\sin\varphi], \cos\theta\cos\varphi)$, а $\sin\theta = \lambda/(ca)$. Соответственно, в формуле (1) параметры S_x, S_y надо заменить на

$$\begin{aligned} S_x &= -c[\sin\theta + \cos\theta\sin\varphi] + An_1, \\ S_y &= -c[\sin\theta - \cos\theta\sin\varphi] + An_2. \end{aligned} \quad (2)$$

Выявлено, что при значении азимутального угла $\varphi = 1.1600$ мрад реализуется четырехволновой случай (220; 15 $\bar{1}$; 3 $\bar{1}\bar{1}$). При отрицательном значении азимутального угла симметричный четырехволновой случай отличается от указанного выше перестановкой x и y индексов Миллера.

С учетом определения углов θ и φ координата y на экспериментальной топограмме при малых значениях азимутального угла вычисляется по формуле $y = \varphi L \cos\theta$. В [9] предполагалось, что $\cos\theta \approx 1$, но в случае секционной топограммы для отражения с большими индексами Миллера, например 800, или при увеличении длины волны излучения множитель $\cos\theta$ является существенным.

Теоретический расчет секционных топограмм с учетом многоволновой дифракции проводился по двухступенчатой схеме. Сначала вычислялась двумерная карта угловой зависимости четырех амплитуд дифрагированной волны для различной поляризации как падающей, так и отраженной волны. Затем проводилось преобразование Фурье по полярному углу, и после этого суммировались квадраты модулей амплитуд.

Расчет угловой зависимости проводился по схеме, которая впервые была описана в [10] и использовалась в [9]. Падающая плоская волна с волновым вектором \mathbf{k}_0 при попадании в кристалл испытывает преломление, и волновой вектор становится равным $\mathbf{k}_0 + \varepsilon\mathbf{n}_0/2$. Соответственно, дифрагированные волны имеют волновые векторы $\mathbf{k}_m + \varepsilon\mathbf{n}_0/2$, где $\mathbf{k}_m = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}_m$, \mathbf{h}_m — m -й вектор обратной решетки рассматриваемой многоволновой конфигурации, который удовлетворяет условиям Брэгга $k_m^2 = k_0^2$.

Скалярные амплитуды волн удобно записать в виде $\gamma_m E_{ms}$, где $\gamma_m = (\mathbf{k}_m \mathbf{n}_0)$, а индекс поляризации s принимает два значения, соответствующие компонентам вектора \mathbf{E}_m , перпендикулярным направлению \mathbf{k}_m . В этом случае задача определения амплитуд E_{ms} и параметра ε сводится к задаче на собственные значения комплексной матрицы рассеяния, а именно:

$$\sum_{ns'} G_{mn}^{ss'} E_{ns'} = \varepsilon E_{ms}. \quad (3)$$

Явный вид матрицы выписан в [9, 10]. В рассматриваемых случаях все отраженные плоские волны

выходят из кристалла через ту же поверхность, что и падающая волна, т.е. все параметры $\gamma_m > 0$.

В этом случае элементы мнимой части матрицы G , описывающей поглощение, много меньше элементов реальной части матрицы. Это позволяет решать задачу (3) только для реальной части, а мнимую часть учесть по теории возмущений. Как раз диагональные элементы реальной части матрицы G зависят от углов θ и φ . Задача (3) имеет $2N$ решений, где N — число волн многоволновой дифракции. Обозначим эти решения индексом j . По теории возмущений достаточно определить только мнимую часть собственных значений, которая определяет коэффициенты поглощения μ_j .

Полное электрическое поле, возникающее в кристалле, является суперпозицией всех собственных решений, которые входят в сумму с различными коэффициентами (весами). Эти коэффициенты определяются из граничных условий. В данном случае ($\gamma_m > 0$) коэффициенты можно определить аналитически. Если поляризация падающей волны p , то амплитуда отраженной волны с поляризацией s , обозначаемая индексом m , равна

$$R_m^{(p,s)}(\theta, \varphi) = \sum_j E_{0p}^j E_{ms}^j \exp(i\epsilon t/2), \quad (4)$$

где t — толщина кристалла.

Для данного отражения в результате расчета получаем четыре функции, каждая из которых зависит от углов θ и φ . Как показано в [9], в лабораторных условиях щель можно считать некогерентным источником, каждая точка которой светит независимо. В таких условиях нужно вычислить преобразование Фурье по переменной $q = K\theta$, т.е. перейти к функциям

$$U_m^{(p,s)}(x, \varphi) = \int \frac{dq}{2\pi} R_m^{(p,s)}(q, \varphi) \exp(iqx) \quad (5)$$

и затем вычислить половину суммы квадратов модулей всех четырех функций.

Преобразование (5) соответствует теории сферической волны Като [11], которая справедлива, если расстояние L_s между щелью и кристаллом меньше $0.1L_f$, где L_f — расстояние дифракционной фокусировки [12]. Если указанное условие не выполняется, то нужно использовать более общую теорию, развитую в [13, 14]. Полученная по формуле (5) картина будет соответствовать идеальным условиям эксперимента — бесконечно узкой щели и бесконечно малым размерам источника по углу φ . Для сравнения с результатами реального эксперимента необходимо усреднить картину по ширине щели и по угловому размеру источника.

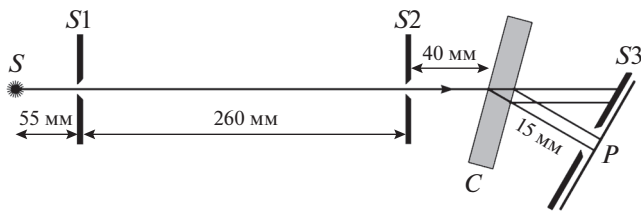


Рис. 2. Схема эксперимента: S – источник рентгеновского излучения; $S1$, $S2$, $S3$ – первая, вторая и третья щели; C – кристалл; P – фотопластинка.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Схема эксперимента показана на рис. 2. Использовался лабораторный источник неполяризованного MoK_{α} -излучения. Размеры источника равны 28×30 мкм. Топограммы получены с помощью камеры Ланга модели А-3. Расстояния указаны на рисунке. Ширина первой щели – 400 мкм, второй – 10–15 мкм, третьей щели – около 1 мм, но размеры самой топограммы меньше и зависят от толщины кристалла.

На рис. 3 показан фрагмент секционной топограммы для отражения 220, центральная часть которой по вертикали соответствует значению азимутального угла $\varphi = 1.1600$ мрад. Методом, описанным выше, установлено, что он соответствует четырехволновому случаю $(220; 15\bar{1}; 3\bar{1}1)$. В этом

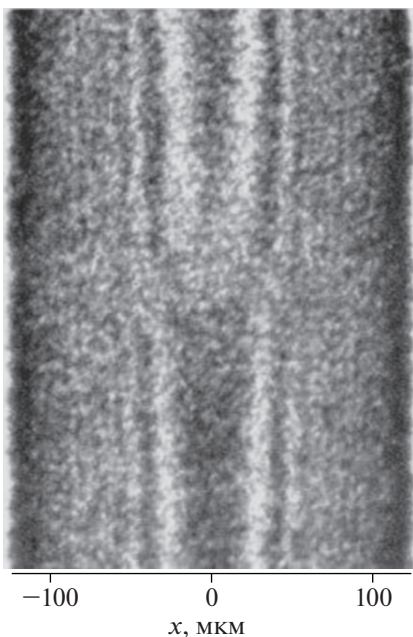


Рис. 3. Фрагмент экспериментальной секционной топограммы для отражения 220 в кристалле толщиной 670 мкм и MoK_{α} -излучения, соответствующий многоволновой дифракции при значении азимутального угла 1.16 мрад.

эксперименте толщина кристалла $t = 670$ мкм, а угол Брэгга $\theta = 10.644^{\circ}$. Соответственно, ширина топограммы (основание палатки Бормана) равна 248 мкм.

Хотя разрешение экспериментальной схемы относительно низкое, тем не менее отчетливо видно сужение центральных светлых полос в верхней части картины и расширение их в нижней части. Такое поведение является следствием многоволновой дифракции.

Фрагмент секционной топограммы для отражения 400, соответствующий значению азимутального угла $\varphi = 41.674$ мрад, показан на рис. 4. Он соответствует четырехволновому случаю $(400; 6\bar{4}2; 2\bar{4}2)$. В этом эксперименте толщина кристалла $t = 1006$ мкм, угол Брэгга $\theta = 15.142^{\circ}$, ширина топограммы – 526 мкм. Поскольку в этом случае угол Брэгга и толщина кристалла в 1.5 раза больше, чем в предыдущем, неудивительно, что число светлых полос на топограмме тоже больше. Несмотря на зернистую структуру изображения, регистрируемого фотопластинкой, можно заметить большое число полос с малым периодом.

Интересно, что в этом случае контраст в многоволновой области имеет противоположную структуру по сравнению с рис. 3, а именно, при приближении к многоволновой области расстояние между полосами увеличивается в верхней части и уменьшается в нижней. В [9] представлен результат для такого же отражения, но для меньшего значения азимутального угла $\varphi = 4.938$ мрад, который соответствует другой системе векторов

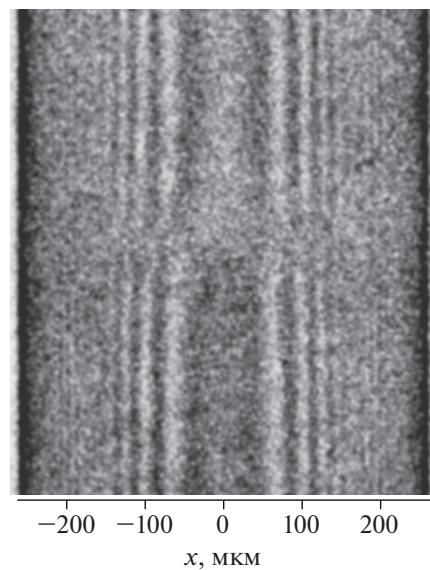


Рис. 4. Фрагмент экспериментальной секционной топограммы для отражения 400 в кристалле толщиной 1006 мкм и MoK_{α} -излучения, соответствующий многоволновой дифракции при значении азимутального угла 41.76 мрад.

обратной решетки (400; 531; 131). Асимметрия такая же, как и на рис. 4. Заметим, что представленный на рис. 4 случай отличается от [9] увеличением всех индексов Миллера дополнительных векторов на единицу с сохранением знака.

РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТА

Расчет угловой зависимости функций $R_1^{(ps)}(\theta, \varphi)$ проводился на сетке точек 2048×161 . Здесь индекс 1 соответствует отражениям 220 и 400 для рассматриваемых секционных топограмм соответственно. Значения угла θ изменялись в интервале 152 мкрад для отражения 220 и 90 мкрад для 400. Преобразование Фурье по углу θ выполнялось с помощью стандартной процедуры FFT (быстрое преобразование Фурье). На рисунках показана четвертая часть расчетной области.

На рис. 5а показана расчетная секционная топограмма для отражения 220, вычисленная описанным выше методом. Топограмма соответствует бесконечно малому размеру щели и бесконечно малому угловому размеру источника. Видно, что собственно многоволновая область на оси значений азимутального угла имеет размеры не более 60 мкрад. В ней распределение интенсивности имеет очень сложный вид, для экспериментального изучения которого необходимо иметь очень высокое разрешение по азимутальному углу.

В области размером примерно 200 мкрад за вычетом центральной части наблюдается изгиб полос двухволновой дифракции. В этой области условия Брэгга для дополнительных рефлексов выполняются плохо, их роль сводится просто к перенормировке параметров рассеяния. Впервые эффект такого типа обсуждался в [15]. Хотя эффект сильной перенормировки реализуется в более широкой области значений азимутального угла, она все же конечна. Очень слабая перенормировка наблюдается в большем угловом интервале. В [9] показана многоволновая область с более мелким шагом.

В настоящей работе на рис. 5б представлена секционная топограмма, которая получена из рис. 5а после вычисления свертки с функциями Гаусса с полуширинами w_x и w_a по осям x и φ соответственно. Были использованы значения $w_x = 10$ мкм и $w_a = 40$ мкрад. Значение w_x равно ширине щели. Однако при размере источника 30 мкм и полном расстоянии 370 мм угловой размер источника равняется 81 мкрад. Расчет с таким размером показывает более размытую картину, чем та, что показана на рис. 3.

Таким образом, сравнение расчетной и экспериментальной топограмм на участке, соответствующем многоволновой дифракции, позволяет

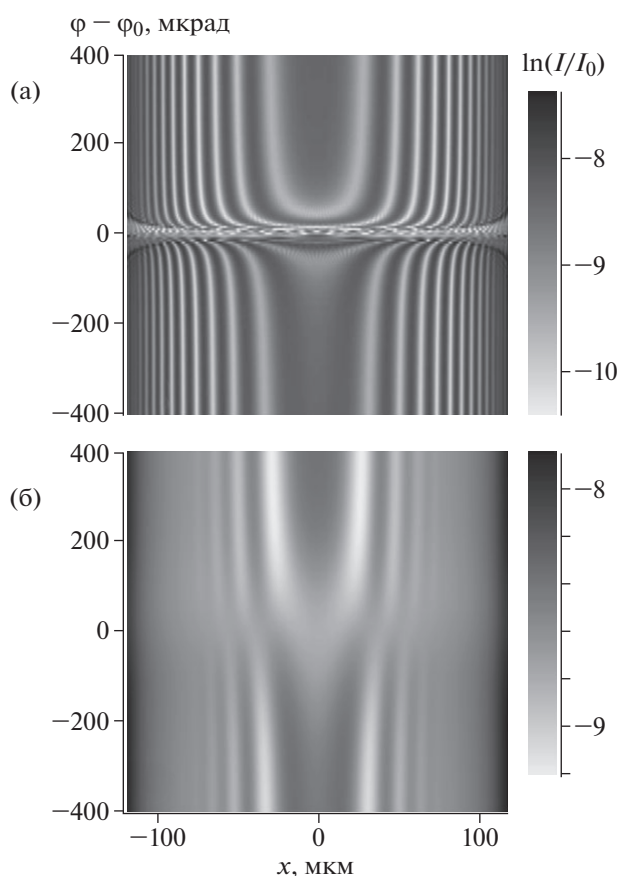


Рис. 5. Теоретическая секционная топограмма для отражения 220 в области многоволновой дифракции: а – фрагмент соответствует бесконечно узкой щели и бесконечно малой угловой ширине источника; б – фрагмент получен после учета ширины щели 10 мкм и углового размера источника 40 мкрад.

оценить эффективный размер источника вдоль топограммы. В данном случае он оказался в 2 раза меньше, чем предполагалось. Данный метод позволяет оценивать эффективный размер не только лабораторного источника, но и источника синхротронного излучения, а также лазера на свободных электронах.

Важно также отметить, что многоволновая область на топограмме более чувствительна к толщине кристалла, чем двухволновая. Поэтому из сравнения результатов расчета и эксперимента можно более точно определить локальную толщину кристалла. Так, установлено, что толщина 670 мкм более точно соответствует эксперименту, чем 680 мкм, как предполагалось изначально.

На рис. 6 показана теоретическая секционная топограмма для отражения 400. Расчет проведен для тех же параметров, что и на рис. 4, но в идеальном случае бесконечно узкой щели и бесконечно малой угловой ширины источника. На “хвостах” многоволновой области данная топо-

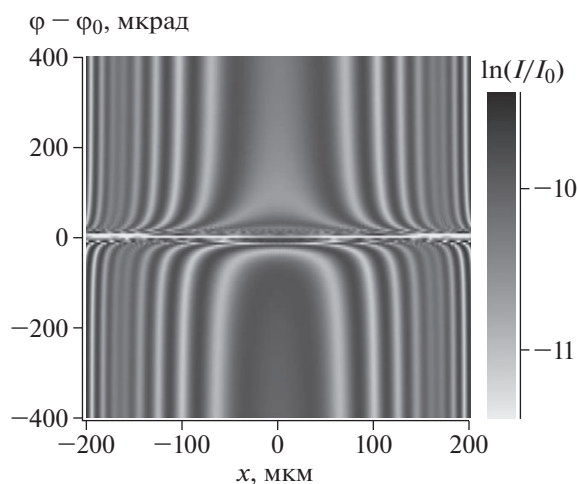


Рис. 6. Теоретическая секционная топограмма для отражения 400 в области многоволновой дифракции с центром при значении азимутального угла 41.674 мрад. Кристалл кремния толщиной 1006 мкм, MoK_α -излучение, бесконечно узкая щель и бесконечно малая угловая ширина источника.

грамма имеет такой же вид, как и на рис. 2 в [9], хотя в самой многоволновой области есть различия. Такой результат вполне ожидаем, поскольку индексы дополнительных векторов обратной решетки в обоих случаях различаются слабо. Перенормировка параметров двухволновой дифракции аналогична, а вот сама многоволновая область бо-

лее чувствительна к индексам дополнительных отражений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kato N., Lang A.R.* // Acta Cryst. A. 1959. V. 12. P. 178.
2. *Authie A.* Dynamical Theory of X-ray Diffraction. Oxford University Press, 2005.
3. *Chang S.-L.* X-ray Multiple-Wave diffraction: Theory and Applications. Springer Series in Solid State Sciences. Berlin: Springer, 2004.
4. *Пинскер З.Г.* Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982. 390 с.
5. *Kazimirov A., Kohn V.G.* // Acta Cryst. A. 2010. V. 66. P. 451.
6. *Kazimirov A., Kohn V.G.* // Acta Cryst. A. 2011. V. 67. P. 409.
7. *Kohn V.G., Kazimirov A.* // Acta Cryst. A. 2012. V. 68. P. 331.
8. *Heyroth F., Hoche H.-R., Eisenschmidt C.* // J. Appl. Cryst. 1999. V. 32. P. 489.
9. *Kohn V.G., Smirnova I.A.* // Acta Cryst. A. 2015. V. 71. P. 519.
10. *Кон В.Г.* // ФТТ. 1976. Т. 18. С. 2538.
11. *Kato N.* // Acta Cryst. 1961. V. 14. P. 526.
12. *Афанасьев А.М., Кон В.Г.* // ФТТ. 1977. Т. 19. С. 1775.
13. *Кон В.Г.* // ФТТ. 1977. Т. 19. С. 3567.
14. *Kohn V.G., Toneyan A.H.* // Acta Cryst. A. 1986. V. 42. P. 441.
15. *Hoier R., Martinsen K.* // Acta Cryst. A. 1983. V. 39. P. 854.