

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ДИАГНОСТИКИ

PACS numbers: 07.85.Jy, 61.05.cc, 61.05.cp, 61.72.Dd, 81.40.Ef, 81.70.-q

Аномальная чувствительность к микродефектам деформационной зависимости полной интегральной интенсивности динамической дифракции в монокристаллах

В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, В. В. Лизунов, В. В. Молодкин,
Е. Н. Кисловский, Я. В. Василик, О. В. Решетник, Т. П. Владимирова,
А. А. Белоцкая, Н. В. Барвинок

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Академика Вернадского, 36,
03142 Киев, Украина*

Работа посвящена экспериментальному изучению диагностических возможностей метода деформационных зависимостей (ДЗ) полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД) для монокристаллов с микродефектами в случае, когда диффузная составляющая ПИИДД может быть соизмеримой с её когерентной составляющей или существенно превышать её. Показано, что в этом случае ДЗ ПИИДД аномально чувствительны и уникально информативны при их использовании для определения характеристик микродефектов в многопараметрических монокристаллических системах.

Ключевые слова: интегральная динамическая дифрактометрия, диффузное рассеяние, микродефекты.

Роботу присвячено експериментальному вивченню діагностичних можливостей методи деформаційних залежностей (ДЗ) повної інтегральної

Corresponding author: Vadym Borysovyeh Molodkin
E-mail: v.molodkin@gmail.com

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

Citation: V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, V. V. Lizunov, V. V. Molodkin, Ye. M. Kyslovskiy, Ya. V. Vasylyk, O. V. Reshetnyk, T. P. Vladimirova, A. O. Bilotska, and N. V. Barvinok, Anomalous Sensitivity of Deformation Dependence of Total Integrated Intensity of Dynamical Diffraction to Microdefects in Single Crystals, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 8: 1123–1131 (2018) (in Russian), DOI: 10.15407/mfint.40.08.1123.

інтенсивності динамічної дифракції (ПІДД) для монокристалів з мікродефектами у випадку, коли дифузна складова ПІДД може бути співмірною з її когерентною складовою або значно перевищувати її. Показано, що в цьому випадку ДЗ ПІДД аномально чутливі й унікально інформативні при використанні їх для визначення характеристик мікродефектів у багатопараметричних монокристалічних системах.

Ключові слова: інтегральна динамічна дифрактометрія, дифузне розсіювання, мікродефекти.

An experimental study of the diagnostic capabilities of the method of deformation dependences (DDs) of the total integrated intensity of dynamical diffraction (TIIDD) for single crystals with microdefects is carried out. The case, when the diffuse component of the TIIDD can be commensurable with its coherent component or substantially exceeds it, is considered. As shown, the TIIDD DDs are anomalously sensitive and uniquely informative to characteristics of microdefects in multiparametric single-crystal systems.

Key words: integrated dynamical diffractometry, diffuse scattering, microdefects.

(Получено 15 мая 2018 г.)

ВВЕДЕНИЕ

Развитие технологий непрерывно стимулирует необходимость создания материалов с новыми улучшенными свойствами. При этом успехи в разработке таких материалов существенным образом определяются уровнем функциональных возможностей экспериментальной диагностической базы для контроля их структурного совершенства. Среди большого количества разнообразных диагностических методов важное значение имеют неразрушающие методы, в частности, дифрактометрические.

Теоретической основой для количественных исследований характеристик дефектов и их распределения в кристаллах ныне является созданная М. А. Кривоглазом кинематическая теория рассеяния в кристаллах с дефектами и проведённая им с помощью этой теории классификация дефектов по характеру их влияния на кинематическую картину рассеяния [1].

При этом приближение однократного рассеяния, которое положено в основу кинематической теории, привело к существенным ограничениям её применимости. Так, кинематическая теория хорошо работает в поликристаллах и в сильно искажённых дефектами монокристаллах и совершенно не работает, когда размеры кристаллов и областей когерентности рассеяния превышают длину экстинкции. В этих случаях необходима теория многократного (динамического) рассеяния.

Кроме того, кинематическая теория позволяет исследовать однозначно характеристики дефектов при условии присутствия в кристалле преимущественно дефектов только одного определяющего типа. Это обусловлено тем, что кинематическая картина практически одинакова для всех условий дифракции и в результате однозначно можно установить неизвестные характеристики только одного типа дефектов. В то же время, большинство современных наносистем являются многопараметрическими, а монокристаллические изделия содержат одновременно дефекты многих типов.

Следует также отметить, что чувствительность кинематической картины рассеяния к дефектам ограничивается достаточно большими предельными концентрациями дефектов (когда их объёмная доля превышает 10^{-4}), ниже которых кинематическая картина полностью теряет чувствительность к этим дефектам.

В ряде работ (см., например, [2–4]) была продемонстрирована возможность значительного по сравнению с диагностикой традиционных (кинематических) объектов повышения чувствительности и информативности диагностики в случае объектов динамической дифракции, а именно, за счёт открытого недавно нового механизма проявления несовершенств структуры в картине рассеяния. Не менее важную роль играет установленное в [5] преобладание брэгговской экстинкции над диффузной, которое обеспечивает возможность [6] аномального роста вклада диффузного (наиболее информативного) рассеяния при динамической дифракции. Уникальная чувствительность к характеристикам дефектов зависимостей картины динамического рассеяния от условий дифракции, возникающая за счёт дисперсионного механизма влияния дефектов на картину, и эффекта аномального роста вклада диффузного рассеяния, открывает возможность построения нового поколения диагностических методов.

При этом наиболее чувствительными и принципиально новыми оказались интегральные методы полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД). Использование толщинных и спектрально-азимутальных зависимостей ПИИДД уже стало эффективным методом диагностики дефектов структуры. Однако указанные методы все же имеют существенные недостатки: при использовании метода толщинных зависимостей не всегда удаётся сохранить целостность исходного образца, а также для обоих методов невозможно исключить стохастические деформации кристалла, которые влияют на результаты измерений. Исследование же влияния макроскопической упругой деформации на ПИИДД не только позволило контролировать её влияние, но легло в основу отдельного метода диагностики дефектов.

В работах [7, 8] рассматривалось применение оказавшихся наиболее информативными деформационных зависимостей (ДЗ)

ПИИДД для определения параметров дефектной структуры кристаллов кремния. Однако в этих статьях были рассмотрены кристаллы, содержащие относительно малое количество дефектов, следствием чего являлась малая величина диффузной составляющей ПИИДД и, соответственно, эффекта её аномального роста. Настоящая работа посвящена экспериментальному изучению диагностических возможностей метода ДЗ ПИИДД для монокристаллов, содержащих большее количество дефектов, т.е. когда диффузная составляющая ПИИДД соизмерима с её когерентной составляющей или существенно превышает её.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Проведение экспериментальных измерений ДЗ ПИИДД требует определения радиуса изгиба монокристалла. Для этого была использована двухосевая бездисперсионная схема с использованием CuK_α -излучения в геометрии Брэгга (рис. 1).

Использование данной рентгенооптической схемы позволило определять величину радиуса изгиба с помощью измерений изменения углового положения брэгговского максимума при трансляции образца

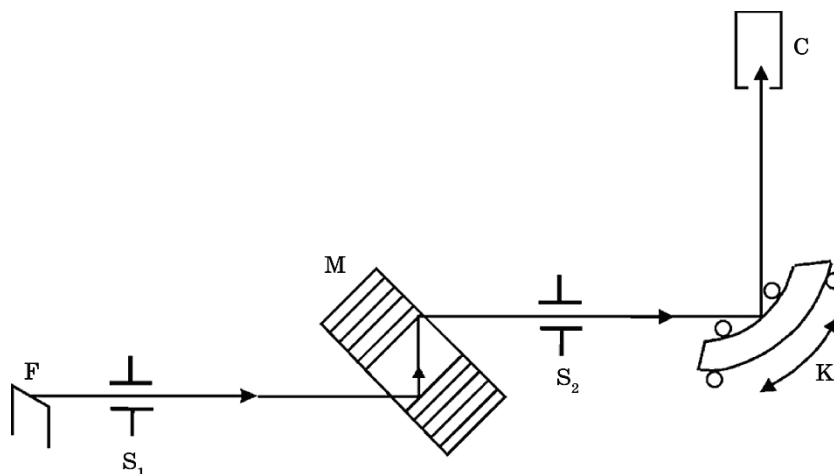


Рис. 1. Экспериментальная рентгенооптическая схема измерения радиуса изгиба образца: F — источник рентгеновского излучения (CuK_{α_1}), M — монокроматор Si(333), двукратное отражение, S_1 , S_2 — коллимирующие щели, K — $(n, -n)$ -положение исследуемого кристалла, C — детектор [9].

Fig. 1. Experimental X-ray-optical scheme for measuring the radius of bending of the sample: F is X-ray source (CuK_{α_1}), M is Si monochromator (333), double reflection, S_1 , S_2 are collimating slits, K is $(n, -n)$ -position of the crystal under study, C is a detector [9].

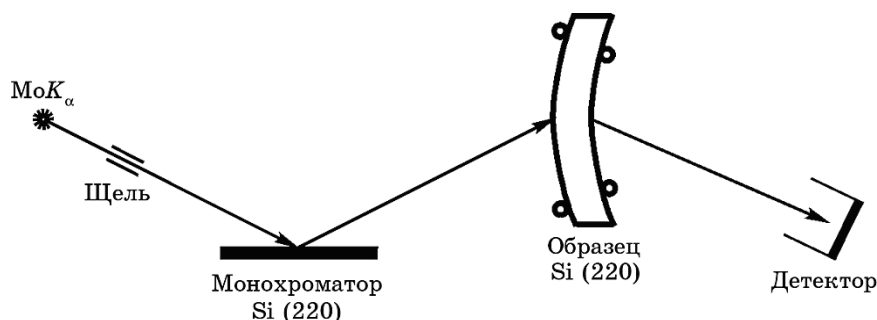


Рис. 2. Экспериментальная рентгенооптическая схема измерения ДЗ ПИИДД от изогнутого кристалла.

Fig. 2. Experimental X-ray–optical scheme for measuring the DD of TIIDD of bent crystal.

ТАБЛИЦА 1. Толщины и условия термообработки образцов монокристаллического Si.

TABLE 1. Thicknesses and heat treatment conditions for single-crystal Si.

№ образца	Толщина образца t , мкм	Температура и время отжига
1	426	После выращивания
2	454	1160°C, 4 часа
3	488	1080°C, 6 часов
4	430	1160°C, 10 часов

на известное расстояние. Следует обратить внимание на то, что расположение прибора для изгиба образцов на гониометре ТРС (трёхкристального рентгеновского спектрометра) существенно улучшает точность определения радиуса изгиба — до 0,01 мм и позволяет определять угловое положение с точностью до 1 угловой секунды.

Для измерения ДЗ ПИИДД, а именно, от радиуса упругого изгиба использовалась двухосевая без дисперсионная схема с MoK_α-излучением в геометрии Лауэ (рис. 2).

В качестве образцов использовались кристаллы кремния, толщины и условия термообработки которых приведены в табл. 1. Отметим, что дефектная структура кристаллов толщиной 488 мкм детально изучена в работах [10, 11].

На рисунках 3–6 представлены экспериментально измеренные ДЗ ПИИДД для указанных в табл. 1 кристаллов.

Изменение температуры и времени отжига приводит к изменению дефектной структуры исследуемых кристаллов. При этом экспериментально полученные для образцов, подвергшихся различной обработке, ДЗ ПИИДД оказались существенно отличающимися

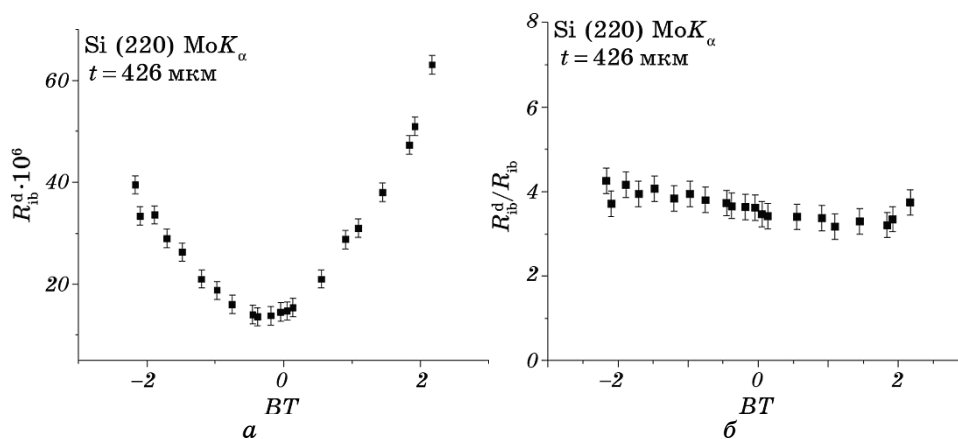


Рис. 3. ДЗ ПИИДД кристалла Si толщиной 426 мкм (а) и эта же зависимость (рис. 3, а), нормированная на величину когерентной составляющей ДЗ ПИИДД, (б). Излучение MoK_α , рефлекс (220), $\psi = 2^\circ$.

Fig. 3. The TIIDD DD of Si crystal with a thickness of 426 μm (a) and the same dependence (Fig. 3, a) normalized to the coherent component of the TIIDD DD (б). Radiation MoK_α , reflex (220), $\psi = 2^\circ$.

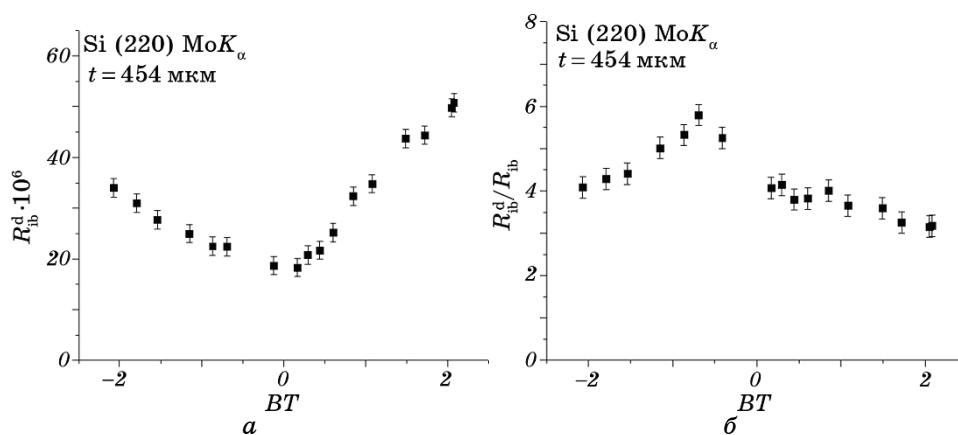


Рис. 4. То же, что и рис. 3., но для кристалла Si с $t = 454$ мкм.

Fig. 4. The same as Fig. 3, but for Si crystal with $t = 454$ μm .

между собой как по характеру поведения, так и по величинам интенсивностей. Это явилось следствием конкурирующего влияния двух эффектов, изменяющих на порядки величины (однако с разным знаком) соотношение вкладов брэгговской и диффузной составляющих.

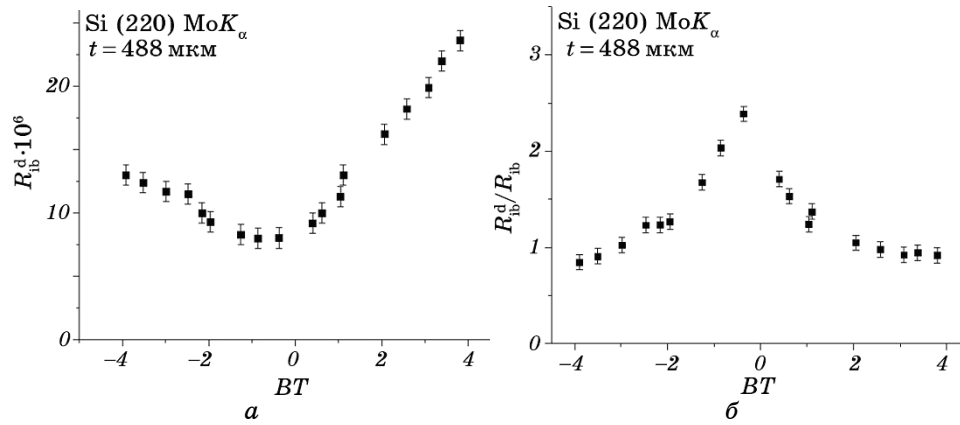


Рис. 5. То же, что и рис. 3, но для кристалла Si с $t = 488$ мкм.

Fig. 5. The same as Fig. 3, but for Si crystal with $t = 488$ μm.

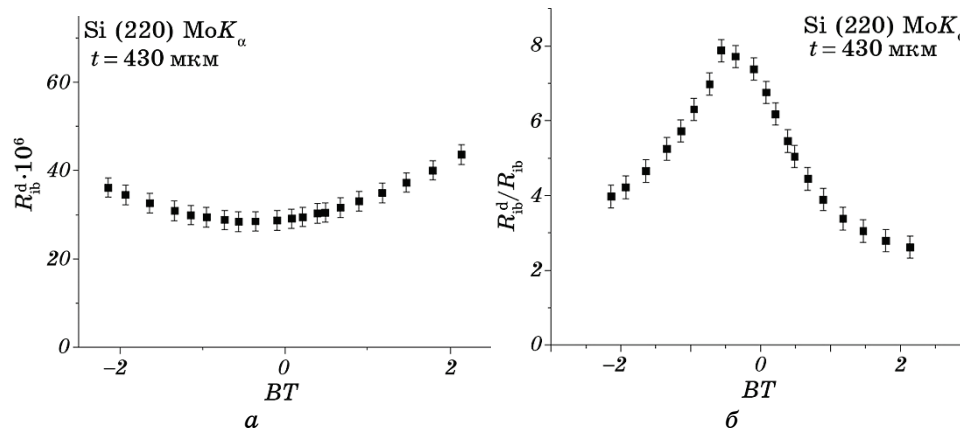


Рис. 6. То же, что и рис. 3, но для кристалла Si с $t = 430$ мкм.

Fig. 6. The same as Fig. 3, but for Si crystal with $t = 430$ μm.

Один из этих эффектов — это уже отмеченный эффект аномального усиления вклада диффузной составляющей при динамической дифракции в отсутствие изгиба. А второй — это эффект радикального усиления брэгговской составляющей с увеличением изгиба при полном отсутствии такого усиления диффузной составляющей.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Отмеченная возможность управления вкладом брэгговской и

диффузной составляющих упругим изгибом при дополнительном использовании разработанных ранее фазовариационных принципов обеспечивает методу ДЗ ПИИДД уникальные функциональные диагностические возможности. В результате измерения ДЗ ПИИДД могут стать одним из наиболее чувствительных и информативных методов определения характеристик микродефектов в монокристаллических многопараметрических системах.

Работа выполнена при финансовой поддержке НАН Украины (договор № 43Г/51-18).

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. M. A. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals* (Berlin: Springer: 1996).
2. В. Б. Молодкин, М. В. Ковальчук, И. М. Карнаухов, В. Е. Сторишко, С. В. Лизунова, С. В. Дмитриев, А. И. Низкова, Е. Н. Кисловский, В. В. Молодкин, Е. В. Первак, А. А. Катасонов, В. В. Лизунов, Е. С. Скакунова, Б. С. Карамурзов, А. А. Дышеков, А. Н. Багов, Т. И. Оранова, Ю. П. Хапачев, *Основы интегральной многопараметрической диффузодинамической дифрактометрии* (Нальчик: Кабардино-Балкарский Университет: 2013).
3. В. В. Лизунов, В. Б. Молодкин, С. В. Лизунова, Н. Г. Толмачев, Е. С. Скакунова, С. В. Дмитриев, Б. В. Шелудченко, С. М. Бровчук, Л. Н. Скапа, Р. В. Лехняк, Е. В. Фузик, *Металлофиз. новейшие технол.*, **36**, № 7: 857 (2014).
4. Л. Н. Скапа, В. В. Лизунов, В. Б. Молодкин, Е. Г. Лень, Б. В. Шелудченко, С. В. Лизунова, Е. С. Скакунова, Н. Г. Толмачев, С. В. Дмитриев, Р. В. Лехняк, Г. О. Велиховский, В. В. Молодкин, И. Н. Заболотный, Е. В. Фузик, О. П. Васькевич, *Металлофиз. новейшие технол.*, **37**, № 11: 1567 (2015).
5. В. Б. Молодкин, С. Й. Олиховский, М. Е. Осинковский, *Металлофизика*, **5**, № 5: 3 (1983).
6. Б. Ф. Журавлев, В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, М. Е. Осинковский, *Металлофизика*, **7**, № 5: 24 (1985).
7. S. M. Brovchuk, V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, I. I. Rudnytska, G. I. Grankina, V. V. Lizunov, S. V. Lizunova, B. V. Sheludchenko, E. S. Skakunova, S. V. Dmitriev, I. N. Zabolotnyi, A. A. Katasonov, B. F. Zhuravlev, R. V. Lekhnyak, L. N. Skapa, and N. P. Irha, *Металлофиз. новейшие технол.*, **36**, № 8: 1035 (2014).
8. В. В. Лизунов, С. М. Бровчук, А. И. Низкова, В. Б. Молодкин, С. В. Лизунова, Б. В. Шелудченко, А. И. Гранкина, И. И. Рудницкая, С. В. Дмитриев, Н. Г. Толмачев, Р. В. Лехняк, Л. Н. Скапа, Н. П. Ирха, *Металлофиз. новейшие технол.*, **36**, № 9: 1271 (2014).
9. F. N. Chukhovskii, K. T. Gabrielyan, E. N. Kislovskii, and I. V. Prokopenko, *phys. status solidi (a)*, **103**, No. 2: 381 (1987).
10. Г. В. Гринь, Е. Н. Кисловский, П. В. Петрашень, А. Ю. Разумовский, *Металлофизика*, **12**, № 5: 113 (1990).
11. Е. Н. Кисловский, Л. И. Даценко, В. Б. Молодкин, Г. В. Гринь,

А. И. Низкова, *Металлофизика*, 12, № 6: 37 (1990).

REFERENCES

1. M. A. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals* (Berlin: Springer: 1996).
2. V. B. Molodkin, M. V. Koval'chuk, I. M. Karnaukhov, V. E. Storizhko, S. V. Lizunova, S. V. Dmitriev, A. I. Nizkova, E. N. Kislovskii, V. V. Molodkin, E. V. Pervak, A. A. Katasonov, V. V. Lizunov, E. S. Skakunova, B. S. Karamurzov, A. A. Dyshekov, A. N. Bagov, T. I. Oranova, and Yu. P. Kharachev, *Osnovy Integral'noy Mnogoparametricheskoj Diffuznodinamicheskoy Difraktometrii* [Fundamentals of Integrated Multiparametric Diffuse-Dynamical Diffractometry] (Nal'chik: Kabardino-Balkarskiy Universitet: 2013) (in Russian).
3. V. V. Lizunov, V. B. Molodkin, S. V. Lizunova, N. G. Tolmachev, E. S. Skakunova, S. V. Dmitriev, B. V. Sheludchenko, S. M. Brovchuk, L. N. Skapa, R. V. Lekhnyak, and E. V. Fuzik, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **36**, No. 7: 857 (2014) (in Russian).
4. L. N. Skapa, V. V. Lizunov, V. B. Molodkin, E. G. Len, B. V. Sheludchenko, S. V. Lizunova, E. S. Skakunova, N. G. Tolmachev, S. V. Dmitriev, R. V. Lekhnyak, G. O. Velikhovskiy, V. V. Molodkin, I. N. Zabolotnyy, E. V. Fuzik, and O. P. Vas'kevich, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 11: 1567 (2015) (in Russian).
5. V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskiy, and M. E. Osinovskiy, *Metallofizika*, **5**, No. 5: 3 (1983) (in Russian).
6. B. F. Zhuravlev, V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskiy, and M. E. Osinovskiy, *Metallofizika*, **7**, No. 5: 24 (1985) (in Russian).
7. S. M. Brovchuk, V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, I. I. Rudnytska, G. I. Grankina, V. V. Lizunov, S. V. Lizunova, B. V. Sheludchenko, E. S. Skakunova, S. V. Dmitriev, I. N. Zabolotnyi, A. A. Katasonov, B. F. Zhuravlev, R. V. Lekhnyak, L. N. Skapa, and N. P. Irha, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **36**, No. 8: 1035 (2014).
8. V. V. Lizunov, S. M. Brovchuk, A. I. Nizkova, V. B. Molodkin, S. V. Lizunova, B. V. Sheludchenko, A. I. Grankina, I. I. Rudnitskaya, S. V. Dmitriev, N. G. Tolmachev, R. V. Lekhnyak, L. N. Skapa, and N. P. Irkha, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **36**, No. 9: 1271 (2014) (in Russian).
9. F. N. Chukhovskii, K. T. Gabrielyan, E. N. Kislovskii, and I. V. Prokopenko, *phys. status solidi (a)*, **103**, No. 2: 381 (1987).
10. G. V. Grin', E. N. Kislovskiy, P. V. Petrashen', and A. Yu. Razumovskiy, *Metallofizika*, **12**, No. 5: 113 (1990) (in Russian).
11. E. N. Kislovskiy, L. I. Datsenko, V. B. Molodkin, G. V. Grin', and A. I. Nizkova, *Metallofizika*, **12**, No. 6: 37 (1990) (in Russian).