

ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИЗЛУЧЕНИЯ И ЧАСТИЦ С КОНДЕНСИРОВАННЫМ ВЕЩЕСТВОМ

PACS numbers: 07.85.Jy, 61.05.cc, 61.72.Dd.

Основы количественной рентгено-акустической диагностики микрорезультатов в монокристаллах

В. Б. Молодкин, М. В. Ковальчук*, В. Ф. Мачулин**, А. И. Низкова,
Э. Х. Мухамеджанов*, С. В. Лизунова, В. П. Кладько**, С. В. Дмитриев,
И. Н. Заболотный, Н. П. Ирха, С. М. Бровчук, Я. В. Василик,
В. В. Лизунов, А. А. Катасонов, И. И. Рудницкая, В. С. Харченко,
А. Е. Благов***, В. В. Молодкин, Е. В. Первак, Р. В. Лехняк

*Институт металлофизики НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

**Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
пл. Курчатова, 1,
123182 Москва, Россия*

***Институт физики полупроводников им. В. Е. Лашкаревича НАН Украины,
просп. Науки, 41,
03028 Киев, Украина*

****Учреждение Российской академии наук «Институт кристаллографии
им. А. В. Шубникова РАН»,
Ленинский проспект, 59,
119333 Москва, Россия*

Созданы физические основы и, в результате, новый комбинированный метод рентгено-акустической неразрушающей количественной и впервые многопараметрической диагностики микрорезультатов нескольких типов в монокристаллах. Разработанная для этой цели теоретическая модель использует открытое авторами явление уникальной чувствительности к характеристикам дефектов, как полной интегральной интенсивности динамической дифракции, так и характера ее зависимостей от дифракционных условий, в частности, зависимостей от амплитуды ультразвуковых колебаний. При этом чувствительность и информативность этих зависимостей существенно усиливаются целенаправленным комбинированием измерений в различных других условиях дифракции. Такая возможность принципиально отсутствует при кинематическом рассеянии.

Створено фізичні основи і, в результаті, нова комбінована метода рентгено-акустичної неруйнівної кількісної та вперше багатопараметричної дія-

гностики мікроефектів кількох типів у монокристалах. Розроблений для цієї мети теоретичний модель використовує відкрите авторами явище унікальної чутливості до характеристик дефектів як повної інтегральної інтенсивності динамічної дифракції, так і характеру її залежностей від дифракційних умов, зокрема, залежностей від амплітуди ультразвукових коливань. При цьому чутливість та інформативність цих залежностей суттєво підсилюються цілеспрямованим комбінуванням вимірювань у різних інших умовах дифракції. Така можливість принципово відсутня при кінематичному розсіянні.

The physics basis and, as a result, the new combined method of X-ray acoustic non-destructive quantitative and the first multiparametric diagnostics of several types of micro-defects in single crystals has been created. The theoretical model which developed for this purpose uses an open by the authors phenomenon of unique sensitivity to the characteristics of defects both the total integral intensity of the dynamical diffraction and the character of its dependences on the diffraction conditions, in particular, the dependence of the amplitude of ultrasonic vibrations. The sensitivity and informativity of these dependences are intensified significantly by purposeful combining of the measurements in a variety of other conditions of diffraction. Such a possibility is absent in principle in the kinematic scattering.

Ключевые слова: рентгено-акустическая диагностика, микронефекты, полная интегральная интенсивность динамической дифракции.

(Получено 14 августа 2012 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

В работах [1, 2] предложен и развит метод определения средних размеров и концентраций случайно распределенных дефектов (СРД), присутствующих в исследуемых монокристаллах, с помощью обусловленных упругим цилиндрическим изгибом деформационных зависимостей (ДЗ) интегральной интенсивности динамической дифракции (ИИДД). Однако получение таких ДЗ ИИДД — трудоемкий процесс, требующий значительных затрат времени. В то же время известно [3], что упругая деформация кристалла может быть обеспечена с целью диагностики дефектов путем введения в исследуемый образец поперечных ультразвуковых колебаний (УЗК) с волновым вектором, параллельным отражающим плоскостям. Целью настоящей работы является развитие метода количественной диагностики характеристик дефектов монокристаллов путем использования зависимостей ИИДД от амплитуды УЗК.

2. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ И ПРИНЦИПЫ НОВОГО ПОДХОДА

Как известно, кинематическое рассеяние не позволяет однозначно

определять одновременно большое число характеристик дефектов структуры. При этом чувствительность определения характеристик даже одного типа оказывается недостаточно высокой для диагностики достаточно совершенных кристаллов. В динамической дифракции оказалось, что условия дифракции и характеристики дефектов влияют на картину рассеяния, во-первых, на порядок сильнее, чем в кинематическом случае, а во-вторых, взаимосвязанным образом. Это открытое авторами [2, 4–7] явление может быть сформулировано более удобным для понимания и использования способом, как явление уникальной чувствительности к характеристикам дефектов зависимостей от условий дифракции динамической картины рассеяния. Указанная чувствительность, присущая только динамической дифракции, может быть дополнительно усилена переходом от методик дифференциальных (мапы пространства обратной решетки) к дифференциально-интегральным (кривые отражения) и полностью интегральным, т.е. к измерениям полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД) и ее зависимости от условий дифракции. Такое повышение чувствительности связано с интегрированиями как в теоретических моделях, так и в эксперименте, наблюдаемых величин, увеличивающими количество измеряемых импульсов в одном измерении и, следовательно, возможную точность их измерения. В частности, ПИИДД наиболее чувствительна, в то время как именно полная интегральная интенсивность кинематического рассеяния (ПИИКР) совершенно не чувствительна к дефектам. Природа этого эффекта в случае интегральных интенсивностей рассеяния состоит в следующем.

Абсолютная неинформативность ПИИКР обусловлена двумя законами сохранения, установленными авторами в кинематическом случае. Один из этих законов сохранения состоит в независимости от условий дифракции (УД) относительного вклада в ПИИКР диффузной составляющей, который в этом случае определяется только характеристиками дефектов. Такой результат в кинематическом случае обусловлен тождественностью зависимостей от условий дифракции брэгговской и диффузной составляющих ПИИКР, которая обуславливает в свою очередь и второй закон сохранения в кинематической теории, а именно, абсолютную независимость ПИИКР от характеристик дефектов. Из-за различия проявления эффектов многократности для брэгговской и диффузной составляющих рассеяния, которое возможно только при динамической дифракции, зависимости от условий дифракции брэгговской и диффузной составляющих ПИИДД принципиально различаются. Это приводит к нарушениям в случае многократного рассеяния как одного, так и другого указанных законов сохранения. Этим и обуславливается радикальное повышение чувствительности и появление качественно новых информативных возможностей при переходе от кинема-

тической к динамической дифракции.

При этом, как показано в работах авторов, среди интегральных наиболее информативными оказываются деформационные зависимости ПИИДД (как наиболее нелинейные), где деформация выступает как один из параметров, характеризующих условия дифракции. При этом характер влияния дефектов на эти зависимости принципиально отличается при изменении условий дифракции (даже знаком), причем от увеличения на порядки величины до уменьшения на порядки величины, в частности, при переходе от случая динамически тонкого к случаю динамически толстого кристаллов. Это обусловлено тем, что в случае динамически тонких кристаллов интегральная интенсивность в идеальных кристаллах кинематического рассеяния на порядки превышает ПИИДД в идеальных кристаллах. А в случае динамически толстых идеальных кристаллов интегральная интенсивность кинематического рассеяния, наоборот, на порядки меньше, чем ПИИДД. Появление дефектов и увеличение их мощности и концентрации обеспечивает постепенный переход от режима динамического рассеяния к режиму кинематического. Это и определяет указанное изменение характера влияния дефектов на картину рассеяния при переходе от случая динамически тонкого к случаю динамически толстого кристалла.

Указанные изменения реализуются за счет трех основных механизмов, определяющих характер влияния дефектов на картину рассеяния.

В кинематическом случае известны два механизма влияния дефектов на картину рассеяния. Первый из них реализуется введением фактора Кривоглаза–Дебая–Валлера. Этот механизм для дефектов I класса по теории М. А. Кривоглаза описывает слабое уменьшение интенсивности брэгговских пиков в результате размытия атомных плоскостей за счет среднеквадратичных смещений атомов и, соответственно, уменьшения плотности электронов и, следовательно, амплитуд рассеяния (отражательных способностей), $\chi_h \sim \chi_h e^{-L}$.

Второй из них реализуется за счет появлений и роста с увеличением мощности и концентрации дефектов диффузной составляющей. В случае интегральных интенсивностей эти два механизма компенсируют друг друга. Именно это и приводит к закону сохранения интегральной интенсивности кинематического рассеяния, т.е. к ее независимости от характеристик дефектов и, следовательно, полной потере чувствительности к характеристикам дефектов интегральной интенсивности кинематического рассеяния.

В случае динамического рассеяния указанные механизмы остаются, однако радикально модифицируются. А именно, первый механизм влияния дефектов за счет фактора Кривоглаза–Дебая–Валлера остается. Однако его влияние дополнительно усиливается на порядки величины в результате его влияния не на средние отра-

жательные и поглощательные способности, а на сформировавшиеся, за счет многократности рассеяния и коллективизации плоско-волновых состояний, интерференционные отражательные и поглощательные способности, вследствие стоячего характера как брэгговских, так и диффузных волн. При этом влияния дефектов на интерференционные отражательные способности реализуются за счет уменьшения расстояния между дисперсионными поверхностями, определяемого величиной $\chi_h e^{-L}$, а, следовательно, путем влияния на экстинкционные эффекты (длину экстинкции $\Lambda \sim 1/\chi_h e^{-L}$). Влияние дефектов на интерференционную поглощательную способность (эффект Бормана для брэгговской и диффузной волн) обеспечивается за счет изменения локальности процессов неупругого рассеяния из-за размытия областей локализации центров поглощения (К-оболочек атомов) в результате их среднеквадратичных смещений.

Второй механизм (за счет вклада диффузной составляющей) при многократном рассеянии резко усиливается, благодаря эффекту аномального (в сотни раз) роста, в результате появившейся зависимости от условий дифракции вклада диффузной составляющей, обусловленного различием на порядки величины коэффициентов экстинкции за счет брэгговского и диффузного рассеяния.

Кроме этого, при многократном рассеянии появляется принципиально новый механизм влияния дефектов на картину рассеяния, который обуславливается эффектом экстинкции дифрагированной интенсивности как брэгговских, так и диффузных волн из-за рассеяния на отклонениях от периодичности кристалла, т.е. диффузного рассеяния.

Этот эффект может ослаблять интенсивность дифракции в десятки или тысячи раз сильнее, чем фактор Кривоглаза–Дебая–Валлера в кинематической теории, в зависимости от толщины исследуемых кристаллов. А именно, в динамически тонких — на один порядок величины, а в динамически толстых — до трех порядков величины.

3. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ

Предложены для малых (1) и больших (2) индексов Миллера модели зависимости от амплитуды ультразвука относительной ИИДД в кристаллах с дефектами в виде:

$$\frac{R_{i \text{ bent}}}{R_{i0}} = \omega(1 + \alpha B^s T + \beta |B^s T|) \exp(\gamma |B^s T|) + (1 - \omega)(1 + \delta |B^s T|), \quad (1)$$

$$\frac{R_{i \text{ bent}}}{R_{i0}} = \omega(1 + \alpha_1 B^s T + \beta_1 (B^s T)^2) \exp(\gamma_1 (B^s T)^2) + (1 - \omega)(1 + \delta_1 (B^s T)^2) \quad (2)$$

Здесь ω — относительная доля когерентной составляющей в ИИДД

R_{i_0} неизогнутого кристалла с дефектами, эффективная деформация за счет ультразвука $B^s = Bkru$, k — коэффициент пропорциональности обратной величины радиуса (r) кривизны цилиндрического упругого изгиба кристалла амплитуде ультразвука u , эффективная деформация за счет упругого изгиба $B = \frac{\lambda^2 \sin \psi [1 + \gamma_0 \gamma_1 (1 + \nu)]}{2\pi |\chi_{Hr}|^2 rd}$ [8],

эффективная толщина $T = \frac{\pi t |\chi_{Hr}|}{\lambda \sqrt{\gamma_0 \gamma_1}}$ [8], λ — длина волны используемого излучения, ψ — угол между отражающей плоскостью и нормалью к поверхности кристалла, $\gamma_0 = \cos(\theta_B + \psi)$, $\gamma_1 = \cos(\theta_B - \psi)$, ν — коэффициент Пуассона, χ_{Hr} — Фурье-компонент реальной части поляризуемости кристалла, χ_{0i} — Фурье-компонент мнимой части поляризуемости кристалла, $d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$, a — постоянная решетки, h, k, l — индексы Миллера, t — толщина кристалла; $R_{i_0 \omega} = R_{i_0}^C$,

$R_{i_0} (1 - \omega) = R_{i_0}^D$, где $R_{i_0}^C$ и $R_{i_0}^D$ соответственно брэгговская и диффузная составляющие R_{i_0} .

Выражения для ПИИДД в неизогнутых кристаллах с дефектами при разных условиях дифракции имеют универсальный вид [9]:

$$R_{i_0} = R_{i_0}^C + R_{i_0}^D = ER_{iP} F_{ds}^{\text{coh}} + R_{iD}^{\text{kin}} F_{ds}^{\text{diff}},$$

где R_{iP} — интегральная интенсивность рассеяния для идеального динамически рассеивающего кристалла, E — фактор Кривоглаза–Дебая–Валлера, R_{iD}^{kin} — диффузный компонент рассеяния кинематически рассеивающего кристалла, F_{ds}^{coh} и F_{ds}^{diff} — соответственно когерентный и диффузный факторы экстинкции.

В случае малых эффектов экстинкции интегральные интенсивности, которые в общем случае выражаются через интегральные факторы экстинкции, можно выразить через интегральные коэффициенты экстинкции.

Выражение для ПИИДД R_{i_0} в геометрии Лауэ, в приближении тонкого кристалла ($\mu_0 t \ll 1$) с учетом малых эффектов экстинкции, имеет вид:

$$R_{i_0} = e^{-\mu_0 l} \left[CQE I_0(h_s) e^{-\mu_{ds}^0 l} + (1 - E^2) Q l e^{-\mu^* l} \right],$$

где μ_0 — линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения;

$l = t / \cos \theta_B$, t — толщина кристалла; $Q = \frac{(\pi |\chi_{Hr}|)^2}{\lambda \sin(2\theta_B)}$; I_0 — функция

Бесселя нулевого порядка от мнимого аргумента, $h_s = \mu_H l C E$ — динамический коэффициент фотоэлектрического поглощения;

$$\mu_{ds}^0 = c C^2 m_0 B, \quad (3)$$

где $m_0 = 2\pi v_c (H |\chi_{Hr}| / 2\lambda)^2$, $B = b_1 + b_2 \ln(e k_m^2 / k_c^2)$, $b_1 = B_1 + B_2/3$, $b_2 = B_1 + B_2 \cos^2 \theta_B / 2$, для хаотически ориентированных дислокационных петель $B_1 = 4(\pi b R_L^2 / v_c)^2 / 15$, $B_2 = \beta B_1$, $\beta = (3v + 6v - 1)(1 - v)^{-2} / 4$, для кластеров $B_1 = 0$, $B_2 = (4\pi A_{cl} / v_c)^2$, $A_{cl} = \Gamma \varepsilon R_p^3$, $\Gamma = (1 + v)(1 - v)^{-1} / 3$, ε — деформация на границе кластера, R_p — радиус кластера;

$$\mu^* = \mu_{ds}^0 f(r_0), \quad (4)$$

$$f(r_0) = \begin{cases} (5 + 2r_0 \ln r_0 - 3, 8r_0) / (3(1 - \ln r_0)), & \text{для дислокационных петель,} \\ (4 + r_0 \ln r_0 - 2r_0) / (5 - 6 \ln r_0), & \text{для сферических кластеров,} \end{cases}$$

где $r_0 = R_p / \Lambda$, R_p — радиус дефекта.

Когерентный интегральный фактор экстинкции F_{ds}^{coh} в геометрии дифракции по Лауэ в приближении толстого кристалла в случае малых эффектов экстинкции имеет вид:

$$F_{ds}^{\text{coh}} = e^{-\mu_{ds}^0 t}.$$

В отличие от геометрии дифракции по Брэггу, где характерной особенностью динамической дифракции является эффект полного отражения, в геометрии дифракции по Лауэ наблюдается эффект аномального прохождения рентгеновских лучей. Этот эффект заключается в том, что в малой угловой области в непосредственной близости от угла Брэгга наблюдается значительная интенсивность прошедшего излучения даже в достаточно толстых монокристаллах ($t \gg t_{\text{abs}}$, где t_{abs} — глубина абсорбции, обратно пропорциональная фотоэлектрическому коэффициенту поглощения μ_0), что вызвано существенным интерференционным уменьшением коэффициента поглощения для таких волн.

В случае толстого кристалла диффузное рассеяние от дефектов небольших размеров из-за его широкого углового распределения практически полностью поглощается (кроме малой части, которая попадает в указанный узкий угловой интервал), за исключением небольшого слоя (толщина которого порядка длины абсорбции) на выходной стороне кристалла.

Однако в случае дефектов больших размеров, направления распространения диффузных волн от которых преимущественно попадают в указанный узкий угловой интервал, для диффузного рассеяния также становится существенным эффект аномального прохождения. Следовательно, объем формирования диффузных волн в

этом случае значительно больше, чем в случае дефектов небольших размеров. Эта особенность приводит к тому, что, при исследовании кристаллов в геометрии Лауэ в приближении толстого кристалла, чувствительность к динамическим экстинкционным эффектам в диффузном рассеянии от крупных дефектов значительно возрастет. Существенно важными являются выражения для интенсивности рассеяния в кристаллах с дефектами больших размеров, диффузное рассеяние от которых имеет преимущественно динамический характер.

Диффузный фактор экстинкции в геометрии Лауэ в толстом кристалле определяется выражением:

$$F_{ds}^{\text{diff}} = \frac{2P_0}{\pi K t} \sum_{\delta, \tau} I_{\delta\tau},$$

$$I_{\delta\tau} = \frac{1}{K^3 \sin 2\theta_B} \int D_{\delta\tau}(\alpha, \alpha') F(\mathbf{q}) \rho_{\delta\tau}(\alpha, \alpha') (e^{2Kt m_\delta(\alpha)} - e^{2Kt m_\delta(\alpha')}) d\mathbf{k}, \quad (5)$$

$$m_\delta(\alpha) = \text{Im } \Delta_\delta(\alpha) = \frac{1}{2\gamma_0} \left(-|\chi_{0i}| - (-1)^\delta \frac{C^2 E^2 \chi_{Hr} \chi_{Hi}}{\sqrt{\alpha^2 + C^2 E^2 (\chi_{Hr}^2 - \chi_{Hi}^2)}} \right) - \frac{\mu_{ds}(\alpha)}{2\gamma_0 K},$$

$$P_0 = \frac{ctv_c H^2}{16\gamma_0^3 \lambda^2}, \quad D_{\delta\tau}(\alpha, \alpha') = \frac{|\Delta'_\tau - \Delta_\delta|^2 |2\gamma_0 \Delta_{\delta'} - \chi_0|^2}{|\Delta_1 - \Delta_2|^2 |\Delta'_1 - \Delta'_2|^2}.$$

Здесь слагаемые $I_{\delta\tau}$ описывают вклад в интенсивность диффузного рассеяния от сильно ($\tau = 2$) и слабо ($\tau = 1$) поглощающихся диффузных волновых полей, которые сформированы при рассеянии на искажениях кристаллической решетки сильно ($\delta = 2$) и слабо ($\delta = 1$) поглощающихся когерентных волн.

Для диффузного интегрального фактора экстинкции в геометрии Лауэ, в приближении толстого кристалла при малых эффектах экстинкции и малых размерах дефектов, переход в (5) от переменных интегрирования k_x, k_z к переменным $y = (|\mathbf{K} + \mathbf{H}| - K) / (KCE\sqrt{\chi_{Hr}\chi_{-Hr}})$, $y' = (|\mathbf{K}' - \mathbf{H}| - K) / (KCE\sqrt{\chi_{Hr}\chi_{-Hr}})$, при использовании соотношений

$$k_x = ((y' - y) \cos \psi / \text{tg} \theta_B + (y' + y) \sin \psi) \pi / \Lambda,$$

$$k_z = (-(y' - y) \sin \psi / \text{tg} \theta_B + (y' + y) \cos \psi) \pi / \Lambda,$$

дает [9]:

$$F_{ds}^{\text{diff}} = \frac{P_0 (KCE |\chi_{Hr}|)^2 (K\Lambda)^2}{16\pi^2 K \sin^2 \theta_B R_{iD}^{\text{kin}}} \sum_{\delta, \tau=1,2} I_{\delta\tau},$$

$$I_{\delta\tau} = \iint yy' f_{\delta\tau}(y, y') \Pi_{\delta\tau}(y, y'),$$

$$f_{\delta\tau}(y, y') = \frac{|\Delta'_\tau - \Delta_\delta|^2 |2\gamma_0 \Delta_{\delta'} - \chi_0|^2}{(y^2 + 1)(y'^2 + 1)} \int dk_y |\mathbf{H}_0 \mathbf{u}(\mathbf{q}_{\delta\tau})|^2, \quad (6)$$

$$\Pi_{\delta\tau} = e^{-\mu_0 l} \frac{e^{-m_\delta(y)} - e^{-m_\tau(y')}}{m_\tau(y') - m_\delta(y)},$$

$$m_\delta(y) = \mu_{ds}(y)l + (-1)^\delta \frac{\mu_H l C}{\sqrt{y^2 + 1}}.$$

Множитель $\Pi_{\delta\tau}$ в подынтегральном выражении (6) описывает эффект аномального прохождения диффузно рассеянных волн и является резко убывающей функцией переменных y и y' . Множители $f_{\delta\tau}$ в (6) представляют собой плавные функции y и y' . Ввиду этого для асимптотической оценки интеграла (6) при $\mu_H l \gg 1$ оказалось возможным воспользоваться методом Лапласа, согласно которому асимптотика интеграла

$$F(\lambda) = \int_a^b dx f(x) e^{\lambda S(x)}$$

при выполнении условий $\lambda \rightarrow \infty$, $S''(x_0) \neq 0$, $a < x_0 < b$ (x_0 — точка максимума функции $S(x)$) имеет вид

$$F(\lambda) \approx f(x_0) \sqrt{\frac{-2\pi}{\lambda S''(x_0)}} e^{\lambda S(x_0)}.$$

Таким образом, диффузный фактор экстинкции приобретает вид [9]:

$$F_{ds}^{\text{diff}} = \frac{\alpha C E |\chi_{Hr}| \mu_{ds}^0}{16 \sin^2 \theta_B \mu_H C \gamma_0^2 R_{iD}^{\text{kin}}} \sqrt{\frac{2\pi}{\mu_H l C}} e^{-(\mu_0 - \mu_H C + \mu_{ds}^0)l}.$$

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ МОДЕЛИ

Значения величин α_{exp} , β_{exp} и γ_{exp} определялись путем подгонки ДЗ ИИДД, определяемых формулами (1) или (2) в случае цилиндрического изгиба ($B^s = B$), к рассчитанным по теории Петрашеня–Чуховского [8]. При изменении экспериментально используемых

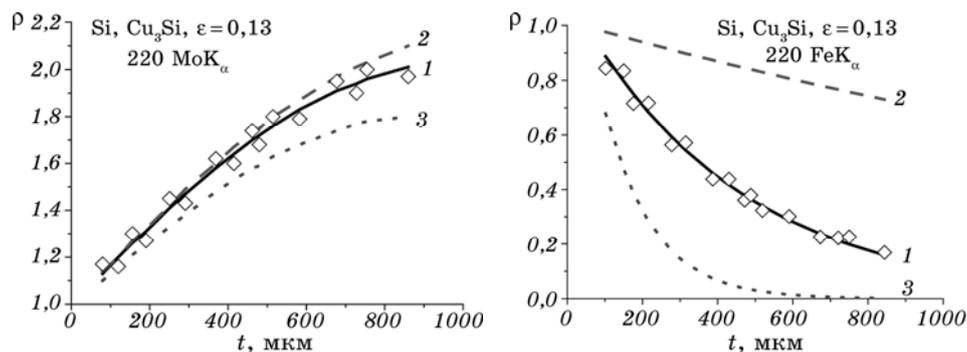


Рис. 1. Толщинные зависимости ИИДД, рассчитанные с учетом наличия в монокристалле кремния случайно распределенных сферических кластеров Cu_3Si : 1 — сплошные линии — $R = 0,0686$ мкм, $c = 2,52 \cdot 10^{-14} = 1,26 \cdot 10^9$ см $^{-3}$, КДП = 0,283; 2 — штриховые линии — $R = 0,0176$ мкм, $c = 1 \cdot 10^{-11} = 5 \cdot 10^{11}$ см $^{-3}$, КДП = 130; 3 — пунктирные линии — $R = 0,148$ мкм, $c = 10^{-15} = 5 \cdot 10^7$ см $^{-3}$, КДП = 34,5. Маркеры — экспериментальные толщинные зависимости ИИДД, полученные авторами настоящей работы для слабо нарушенной области кристалла кремния.

интервалов деформации вид модели (1, 2) сохраняется, но изменяются величины α , β , γ и k . Поэтому фитирование должно предусматривать определение параметра k , самосогласованное с областью изменения параметров деформации для идеального кристалла.

Для определения δ_{exp} необходимо выполнять дополнительно под-

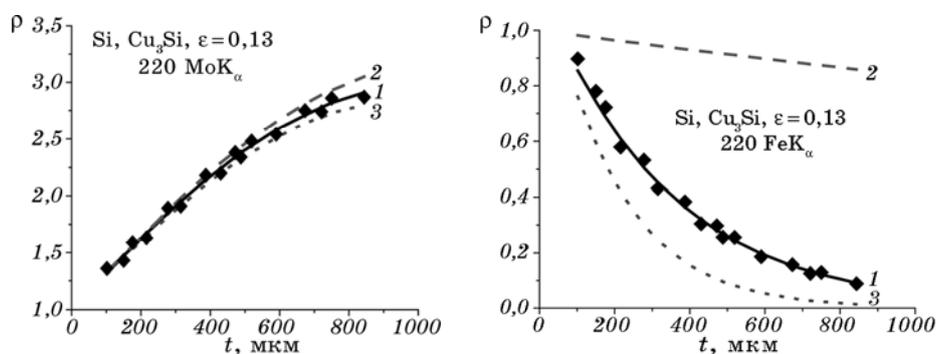


Рис. 2. Толщинные зависимости ИИДД, рассчитанные с учетом наличия в монокристалле кремния случайно распределенных сферических кластеров Cu_3Si : 1 — сплошные линии — $R = 0,0537$ мкм, $c = 1,35 \cdot 10^{-13} = 6,75 \cdot 10^9$ см $^{-3}$, КДП = 0,252; 2 — штриховые линии — $R = 0,002$ мкм, $c = 3,235 \cdot 10^{-7} = 1,6175 \cdot 10^{15}$ см $^{-3}$, КДП = 674; 3 — пунктирные линии — $R = 0,08$ мкм, $c = 2,41 \cdot 10^{-14} = 1,205 \cdot 10^9$ см $^{-3}$, КДП = 18,3. Маркеры — экспериментальные толщинные зависимости ИИДД, полученные авторами настоящей работы для сильно нарушенной области кристалла кремния.

гонку зависимостей от амплитуды ультразвука, полученных для монокристаллов с известной дефектной структурой. При этом δ_{exp} также зависит от интервала деформации, но не должно зависеть от относительных вкладов в ИИДД когерентной и диффузной составляющих и от характеристик дефектов.

Для определения параметров дефектной структуры выполнена подгонка толщинных зависимостей ИИДД, полученных для декорированного медью в течение 1-го часа при 1173 К образца Si с двумя областями. Эти области характеризуются различной дефектной структурой, в приближениях тонкого (для симметричного 220 Лауэ-отражения MoK_α -излучения) и толстого (для симметричного 220 Лауэ-отражения FeK_α -излучения) кристаллов. Результаты подгонки иллюстрируют рис. 1 и 2.

В результате подгонки получены значения концентрации и среднего радиуса дефектов в указанных областях — в области (1) $c(1) = 2,52 \cdot 10^{-14}$, $R(1) = 0,0686$ мкм, а в области (2) $c(2) = 1,35 \cdot 10^{-13}$, $R(2) = 0,0537$ мкм.

Для определения параметров модели выполнена подгонка зависимостей, рассчитанных по предложенной модели, к экспериментально полученным в работе [10] зависимостям ИИДД кристалла, в кото-

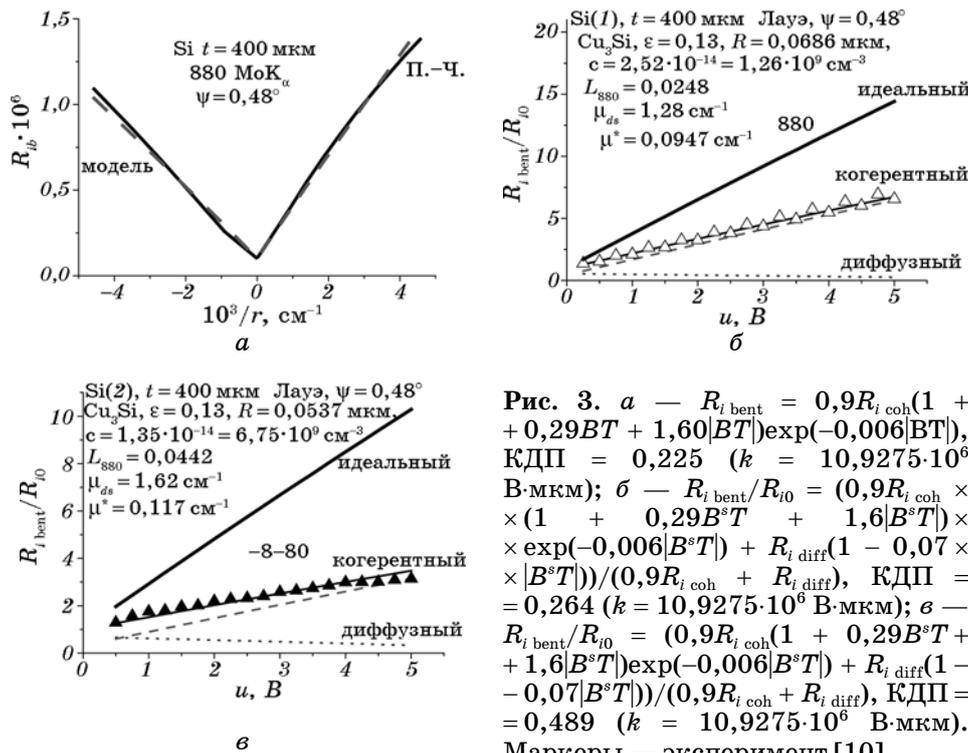


Рис. 3. а — $R_{i \text{ bent}} = 0,9R_{i \text{ coh}}(1 + 0,29BT + 1,60|BT|)\exp(-0,006|BT|)$, КДП = 0,225 ($k = 10,9275 \cdot 10^6$ В·мкм); б — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,9R_{i \text{ coh}} \times (1 + 0,29B^sT + 1,6|B^sT|) \times \exp(-0,006|B^sT|) + R_{i \text{ diff}}(1 - 0,07 \times |B^sT|))/(0,9R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,264 ($k = 10,9275 \cdot 10^6$ В·мкм); в — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,9R_{i \text{ coh}}(1 + 0,29B^sT + 1,6|B^sT|)\exp(-0,006|B^sT|) + R_{i \text{ diff}}(1 - 0,07|B^sT|))/(0,9R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,489 ($k = 10,9275 \cdot 10^6$ В·мкм). Маркеры — эксперимент [10].

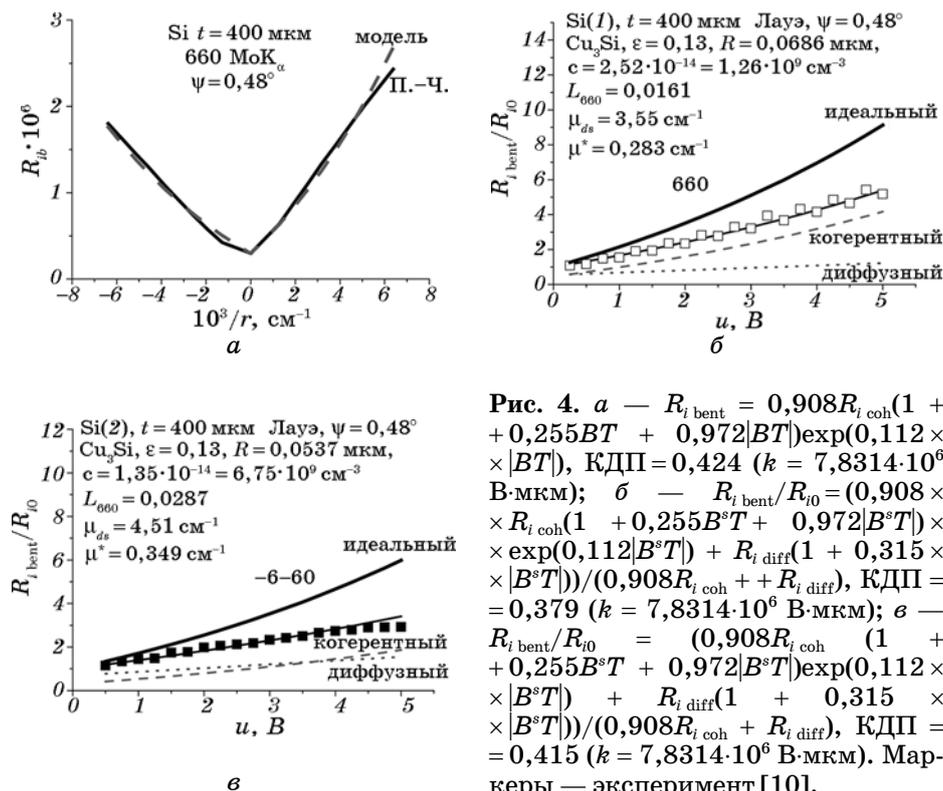


Рис. 4. *a* — $R_{i \text{ bent}} = 0,908R_{i \text{ coh}}(1 + 0,255BT + 0,972|BT|)\exp(0,112 \times |BT|)$, КДП = 0,424 ($k = 7,8314 \cdot 10^6$ В·мкм); *б* — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,908 \times R_{i \text{ coh}}(1 + 0,255B^sT + 0,972|B^sT|) \times \exp(0,112|B^sT|) + R_{i \text{ diff}}(1 + 0,315 \times |B^sT|))/(0,908R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,379 ($k = 7,8314 \cdot 10^6$ В·мкм); *в* — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,908R_{i \text{ coh}}(1 + 0,255B^sT + 0,972|B^sT|)\exp(0,112 \times |B^sT|) + R_{i \text{ diff}}(1 + 0,315 \times |B^sT|))/(0,908R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,415 ($k = 7,8314 \cdot 10^6$ В·мкм). Маркеры — эксперимент [10].

ром происходят акустические колебания, нормированной на ИИДД в отсутствие ультразвука, от амплитуды ультразвука для двух областей с различными найденными выше параметрами дефектов самосогласованно с фитированием модельных зависимостей для цилиндрически изогнутого идеального кристалла к рассчитанным по теории [8]. Поскольку предлагаемая модель основана на том, что ее параметры, описывающие влияние макродеформации на величину ИИДД, не должны зависеть от характеристик случайно распределенных в изогнутом кристалле микродефектов, то для каждого рефлекса подбирались значения параметров модели, совпадающие в случаях идеальных, сильно (2) и слабо (1) нарушенных кристаллов.

Результаты подбора параметров модели для рефлексов 880, 660 и 440 представлены на рисунках 3, 4 и 5.

5. РЕЗУЛЬТАТЫ ДИАГНОСТИКИ НА ОСНОВЕ СОЗДАННОЙ МОДЕЛИ

При использовании предложенной модели для обработки зависимостей ИИДД от амплитуды ультразвука, продемонстрированы суще-

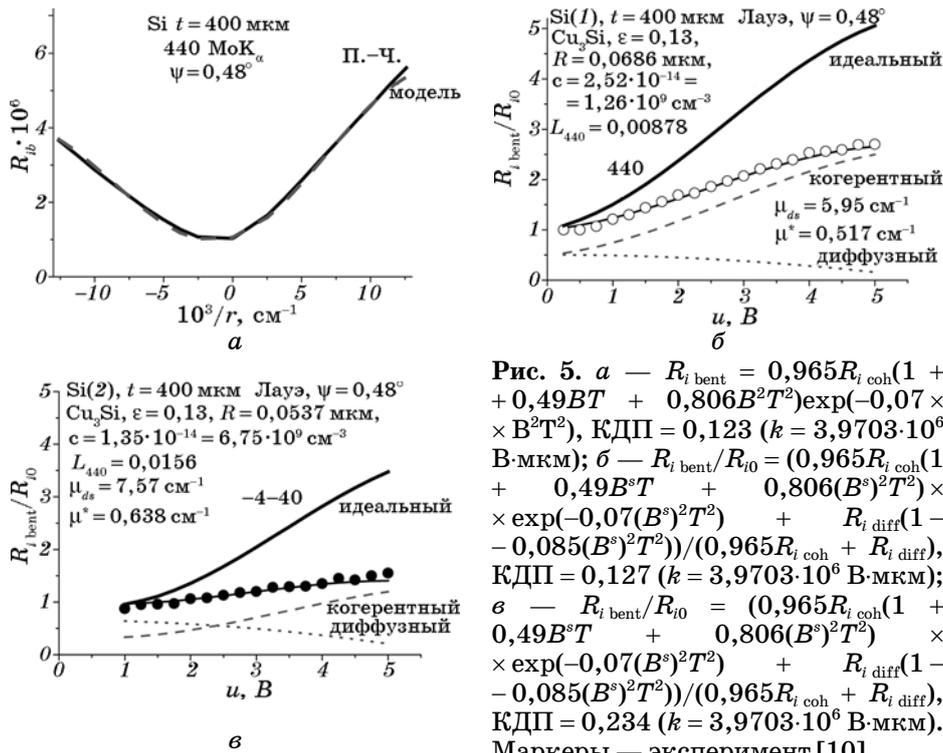


Рис. 5. а — $R_{i \text{ bent}} = 0,965R_{i \text{ coh}}(1 + 0,49BT + 0,806B^2T^2)\exp(-0,07 \times V^2T^2)$, КДП = 0,123 ($k = 3,9703 \cdot 10^6$ В·мкм); б — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,965R_{i \text{ coh}}(1 + 0,49B^sT + 0,806(B^s)^2T^2) \times \exp(-0,07(B^s)^2T^2) + R_{i \text{ diff}}(1 - 0,085(B^s)^2T^2))/(0,965R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,127 ($k = 3,9703 \cdot 10^6$ В·мкм); в — $R_{i \text{ bent}}/R_{i0} = (0,965R_{i \text{ coh}}(1 + 0,49B^sT + 0,806(B^s)^2T^2) \times \exp(-0,07(B^s)^2T^2) + R_{i \text{ diff}}(1 - 0,085(B^s)^2T^2))/(0,965R_{i \text{ coh}} + R_{i \text{ diff}})$, КДП = 0,234 ($k = 3,9703 \cdot 10^6$ В·мкм). Маркеры — эксперимент [10].

ственно улучшенные возможности диагностики предложенным методом.

При обработке зависимостей ИИДД от амплитуды ультразвука, полученных авторами [11], использована предложенная модель:

$$R_{i \text{ bent}} = 0,937R_{i \text{ coh}} (1 + 0,476B^sT + 0,82(B^s)^2T^2) \times \exp(-0,0597(B^s)^2T^2) + R_{i \text{ diff}} (1 + 0,09(B^s)^2T^2), \quad (7)$$

$$R_{i \text{ bent}} = 0,903R_{i \text{ coh}} (1 + 0,243B^sT + 1,307|B^sT|) \times \exp(0,308|B^sT|) + R_{i \text{ diff}} (1 + 0,01|B^sT|). \quad (8)$$

Для слабо нарушенной области кристалла получены следующие значения параметров СРД: $c(1) = 2,52 \cdot 10^{-14}$, $R(1) = 0,0686$ мкм (см. рис. 6, б) и $c(2) = 1,35 \cdot 10^{-13}$, $R(2) = 0,0537$ мкм (см. рис. 7, б). На рис. 6, б и 7, б приведены экспериментальные зависимости ПИОС от амплитуды ультразвука, полученные авторами работы [11], а также зависимости, рассчитанные при трех парах значений среднего радиуса и концентрации, для которых толщинные зависимости

ПАОС, изображенные на рис. 6, а и 7, а совпадают.

Из рисунков 6, б и 7, б видно, что с экспериментальными дан-

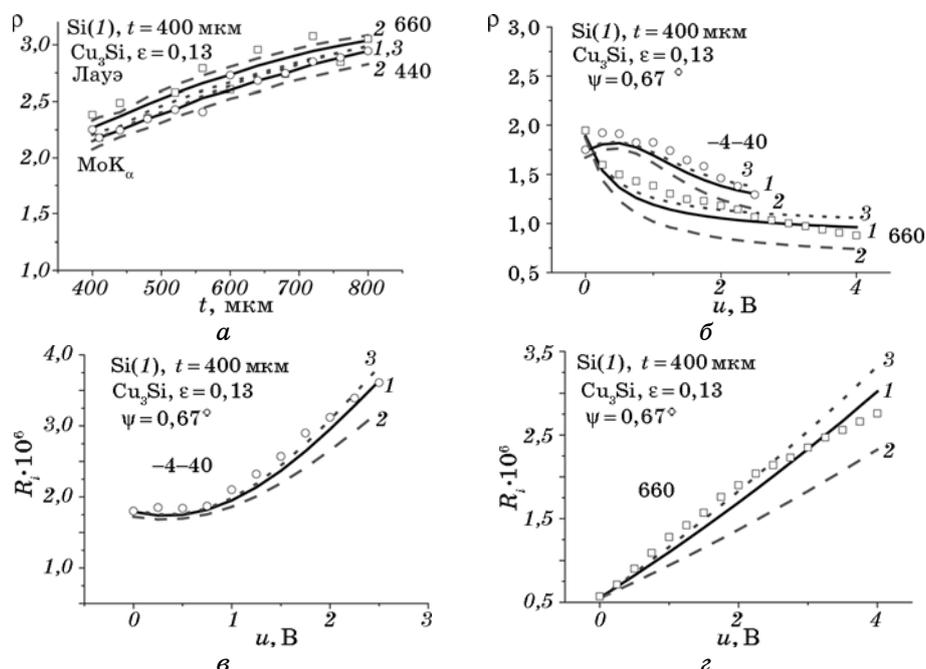


Рис. 6. а — толщинные зависимости ИИДД, рассчитанные с учетом наличия в монокристалле кремния случайно распределенных сферических кластеров Cu_3Si : 1 — сплошные линии — $R = 0,0686$ мкм, $c = 2,52 \cdot 10^{-14} = 1,26 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,133$, 2 — штриховые линии — $R = 0,148$ мкм, $c = 10^{-15} = 5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,245$, 3 — пунктирные линии — $R = 0,0176$ мкм, $c = 1 \cdot 10^{-11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,160$; б — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (7) ($k = 3,8246 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$), (8) ($k = 6,5929 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошные линии — $R = 0,0686$ мкм, $c = 2,52 \cdot 10^{-14} = 1,26 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,594$, 2 — штриховые линии — $R = 0,148$ мкм, $c = 10^{-15} = 5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 3,71$, 3 — пунктирные линии — $R = 0,0176$ мкм, $c = 1 \cdot 10^{-11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,473$; в — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (7) ($k = 3,8246 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошная линия — $R = 0,0686$ мкм, $c = 2,52 \cdot 10^{-14} = 1,26 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,363$, 2 — штриховая линия — $R = 0,148$ мкм, $c = 10^{-15} = 5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 1,55$, 3 — пунктирная линия — $R = 0,0176$ мкм, $c = 1 \cdot 10^{-11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,213$; г — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (8) ($k = 6,5929 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошная линия — $R = 0,0686$ мкм, $c = 2,52 \cdot 10^{-14} = 1,26 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,774$, 2 — штриховая линия — $R = 0,148$ мкм, $c = 10^{-15} = 5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 5,29$, 3 — пунктирная линия — $R = 0,0176$ мкм, $c = 1 \cdot 10^{-11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$, $\text{КДП} = 0,664$. Маркеры — экспериментальные зависимости ИИДД от амплитуды ультразвука, полученные авторами работы [11] для слабо нарушенной области кристалла кремния.

ными совпадают только зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные для одной из трех рассматриваемых пар значений па-

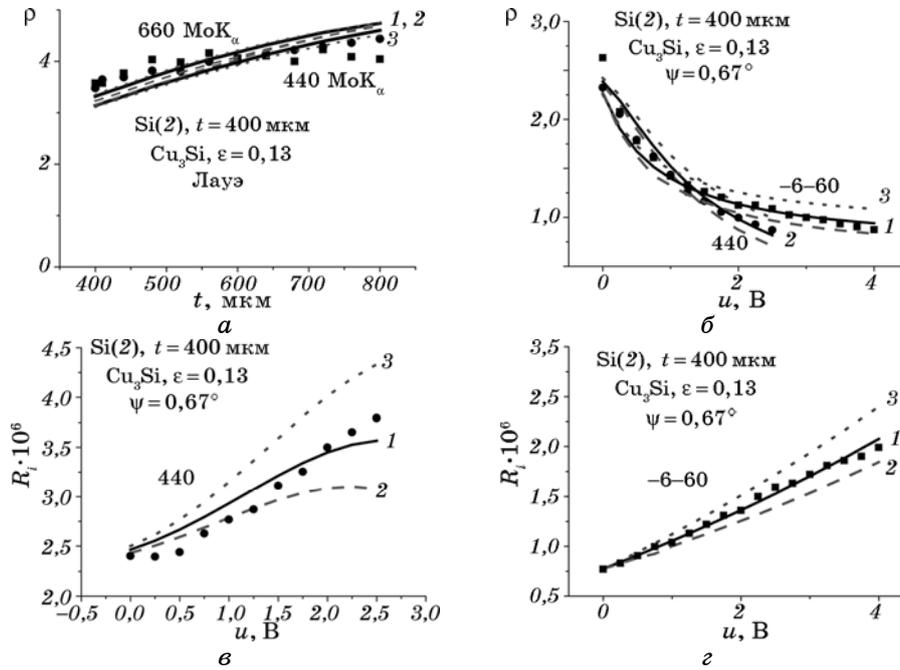


Рис. 7. *а* — толщинные зависимости ИИДД, рассчитанные с учетом наличия в монокристалле кремния случайно распределенных сферических кластеров Cu_3Si : 1 — сплошные линии — $R = 0,0537$ мкм, $c = 1,35 \cdot 10^{-13} = 6,75 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, 2 — штриховые линии — $R = 0,002$ мкм, $c = 3,235 \cdot 10^{-7} = 1,6175 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, 3 — пунктирные линии — $R = 0,08$ мкм, $c = 2,41 \cdot 10^{-14} = 1,205 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$; *б* — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (7) ($k = 3,8246 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$), (8) ($k = 6,5929 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошные линии — $R = 0,0537$ мкм, $c = 1,35 \cdot 10^{-13} = 6,75 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,139, 2 — штриховые линии — $R = 0,08$ мкм, $c = 2,41 \cdot 10^{-14} = 1,205 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,740, 3 — пунктирные линии — $R = 0,002$ мкм, $c = 3,235 \cdot 10^{-7} = 1,6175 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, КДП = 1,51; *в* — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (7) ($k = 3,8246 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошная линия — $R = 0,0537$ мкм, $c = 1,35 \cdot 10^{-13} = 6,75 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,298, 2 — пунктирная линия — $R = 0,002$ мкм, $c = 3,235 \cdot 10^{-7} = 1,6175 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, КДП = 2,01, 3 — штриховая линия — $R = 0,08$ мкм, $c = 2,41 \cdot 10^{-14} = 1,205 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,841; *г* — зависимости от амплитуды ультразвука, рассчитанные по модели (8) ($k = 6,5929 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{мкм}$): 1 — сплошная линия — $R = 0,0537$ мкм, $c = 1,35 \cdot 10^{-13} = 6,75 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,0478, 2 — штриховая линия — $R = 0,08$ мкм, $c = 2,41 \cdot 10^{-14} = 1,205 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$, КДП = 0,706, 3 — пунктирная линия — $R = 0,002$ мкм, $c = 3,235 \cdot 10^{-7} = 1,6175 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, КДП = 1,29. Маркеры — экспериментальные зависимости ИИДД от амплитуды ультразвука, полученные авторами работы [11] для сильно нарушенной области кристалла кремния.

раметров СРД. Следовательно, сравнение результатов, представленных на рис. 6, а, 7, а и 6, б, 7, б позволяет сделать вывод о более высокой, по сравнению с толщинными зависимостями ИИДД, чувствительности к параметрам дефектов зависимостей ПИОС от амплитуды ультразвука.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

Продемонстрированы возможность и перспективы широкого практического использования созданного (на основе разработанной полупериодической теоретической модели зависимостей от характеристик дефектов и от амплитуды ультразвуковых колебаний полной интегральной интенсивности динамической дифракции) принципиально нового комбинированного метода выполнения уникально чувствительной количественной однозначной многопараметрической диагностики характеристик дефектов нескольких типов в монокристаллах без разрушения. Метод оказался наиболее экспрессным, информативным и чувствительным, однако при этом не требующим обязательного использования сложного дорогостоящего оборудования.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, А. П. Шпак и др., *Дифрактометрия наноразмерных дефектов и гетерослоев кристаллов* (Киев: Академперіодика: 2005).
2. V. B. Molodkin, M. V. Kovalchuk, A. P. Shpak, S. I. Olikhovskii et al., *Dynamical Bragg and Diffuse Scattering Effects and Implications for Diffractometry in the Twenty-First Century*. In Book 'Diffuse Scattering and the Fundamental Properties of Materials', (New Jersey: MOMENTUM PRESS: 2009), p. 391.
3. В. Ф. Мачулин, В. И. Хрупа, *Рентгеновская диагностика слабо искаженных кристаллов* (Киев: Наукова думка: 1995).
4. А. П. Шпак, М. В. Ковальчук, В. Б. Молодкин, Г. І. Низкова та ін., *Спосіб багатопараметричної структурної діагностики монокристалів з декількома типами дефектів* (Патент України № 36075) (Зареєстровано в державному реєстрі патентів України на винаходи 10 жовтня 2008 р.).
5. А. П. Шпак, М. В. Ковальчук, В. Б. Молодкин, В. Л. Носик та ін., *Спосіб багатопараметричної структурної діагностики монокристалів з декількома типами дефектів* (Патент України № 89594) (Зареєстровано в державному реєстрі патентів України на винаходи 10 лютого 2010 р.).
6. В. Б. Молодкин, М. В. Ковальчук, В. Ф. Мачулин и др., *УФМ*, **12**, № 3: 295 (2011).
7. А. П. Шпак, М. В. Ковальчук, В. Б. Молодкин и др., *Актуальные вопросы современного естествознания*, вып. 9: 45 (2011).
8. П. В. Петрашень, Ф. Н. Чуховский, *Кристаллография*, **21**:283 (1976).
9. А. П. Шпак, М. В. Ковальчук, В. Б. Молодкин, В. Л. Носик и др., *УФМ*, **10**, № 3: 229 (2009).
10. В. И. Хрупа, *УФЖ*, **38**, № 9: 1393 (1993).
11. Д. О. Григорьев, Л. И. Даценко, В. Ф. Мачулин и др., *Металлофизика*, **15**, № 1: 23 (1993).