Metallophysics and Advanced Technologies
Металофіз. новітні технол.
Metallofiz. Noveishie Tekhnol.
2020, vol. 42, No. 4, pp. 595–602
https://doi.org/10.15407/mfint.42.04.0595
Reprints available directly from the publisher

© 2020 G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics,
National Academy of Sciences of Ukraine
Published by license under
the G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics–
N.A.S. of Ukraine Publishers imprint.
Printed in Ukraine.

PHYSICAL AND TECHNICAL BASIS OF EXPERIMENT AND DIAGNOSTICS

PACS numbers: 61.05.cc, 61.05.cf, 61.05.cp, 61.72.Dd, 61.72.Lk, 81.40.Ef

Метод деформаційних залежностей повної інтегральної інтенсивності динамічної дифракції в монокристалах з дефектами для випадку переважного внеску дифузної складової. II. Випадок динамічно «товстого» кристалу

В. Б. Молодкін, Г. І. Низкова, В. В. Лізунов, А. О. Білоцька, Л. І. Макаренко, Т. П. Владімірова, О. В. Решетник, Я. В. Василик, Є. А. Цапко

Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна

В роботі узагальнено на випадок динамічно «товстого» кристалу модель для опису деформаційних залежностей повної інтеґральної інтенсивності динамічної дифракції в монокристалах з мікродефектами декількох типів. Запропонована модель в явному вигляді враховує явище аномального проходження дифузної складової повної інтеґральної інтенсивності динамічної дифракції. Виконані розрахунки демонструють можливість проведення кількісної оцінки характеристик хаотично розподілених дефектів даним методом.

Ключові слова: динамічна дифракція, монокристали, мікродефекти, повна інтеґральна інтенсивність, деформація, фазоваріаційна діагностика.

The model of the deformation dependences (DD) of total integrated intensity

Corresponding author: Vadym Borysovych 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, H. I. Nyzkova, V. V. Lizunov, A. O. Bilots'ka, L. I. Makarenko, T. P. Vladimirova, O. V. Reshetnik, Ya. V. Vasylyk, and E. A. Tsapko, Method of Deformation Dependences of Total Integrated Intensity of Dynamical Diffraction by Single Crystals with Defects in the Case of the Dominant Contribution of the Diffuse Component. II. The Case of Dynamically 'Thick' Crystal, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 4: 595–602 (2020) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.42.04.0595.

of dynamical diffraction (TIIDD) in single crystals with microdefects of several types is generalized in the case of a dynamically 'thick' crystal. The model explicitly takes into account the phenomenon of anomalous transmission of the diffuse component of the total integrated intensity of dynamical diffraction. The performed calculations demonstrate the possibility of quantitative evaluation by this method the characteristics of randomly distributed defects.

Key words: dynamical diffraction, single crystals, microdefects, total integrated intensity, deformation, phase-variation diagnostics.

В работе обобщена на случай динамически «толстого» кристалла модель для описания деформационных зависимостей полной интегральной интенсивности динамической дифракции в монокристаллах с микродефектами нескольких типов. Предложенная модель в явном виде учитывает явление аномального прохождения диффузной составляющей полной интегральной интенсивности динамической дифракции. Выполненные расчёты показывают возможность проведения количественной оценки характеристик хаотически распределенных дефектов данным методом.

Ключевые слова: динамическая дифракция, монокристаллы, микродефекты, полная интегральная интенсивность, деформация, фазовариационная диагностика.

(Отримано 2 жовтня 2019 р.)

Однією з необхідних умов для створення функціональних матеріалів з новими необхідними для практичних застосувань властивостями є наявність відповідної діагностичної бази контролю структурних характеристик. Важливу роль у вирішенні цієї задачі відіграють рентґенівські дифрактометричні методи.

Рентґенодифракційні методи досліджень мають цілу низку важливих з точки зору практики переваг. Вони є неруйнівними і одночасно високоінформативними та дозволяють виявляти надзвичайно малі деформації та дефекти невеликих розмірів і концентрацій. При цьому для збільшення експресності діагностики доцільним є вимірювання певних інтеґральних параметрів.

Попередню роботу [1] було присвячено розвитку як раз такого інтеґрального методу, а саме методу деформаційних залежностей (ДЗ) повної інтеґральної інтенсивності динамічної дифракції (ПІДД). В цій роботі модель, запропоновану у роботі [2], було узагальнено на випадок монокристалів, для яких ДЗ ПІДД формується переважно за рахунок дифузної складової. В даній моделі повна відбивна здатність R_{ib} реального пружно вигнутого кристалу представляється у вигляді суми когерентної $R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{coh}}$ та дифузної $R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{dif}}$ складових: $R_{\mathrm{i}} \equiv R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{d}} = R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{coh}} + R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{dif}}$.

ДЗ когерентної складової ПІДД описується евристичною форму-

лою з мінімальною кількістю доданків:

$$R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{coh}} / R_{\mathrm{i0}} = (1 + \alpha BT + \beta B^2T^2)\exp(-\gamma\left|1/r\right|^{\delta}\sqrt{M_0}), \qquad (1)$$

тут R_{i0} — ІІДД ідеального кристалу, $B = (\partial^2/\partial z^2 - \partial^2/\partial x^2)(\mathbf{Hu})$ — нормований градієнт деформації, $\mathbf{H}$ — вектор оберненої ґратниці, T — товщина кристалу в одиницях Λ^*/π, Λ^* — екстинкційна довжина для σ-поляризації, r — радіус кривизни пружного вигину, $M_0 = \mu_0 t$, μ_0 — коефіцієнт фотоелектричного поглинання, t — товщина кристалу. Значення коефіцієнтів α, β, γ та δ підбираються шляхом підгонки кривих, що розраховуються за моделлю (1), до теоретичних ДЗ ІІДД для пружно вигнутого кристалу, який не містить мікродефектів, одержаних у роботах [3–5].

Для дифузної складової ДЗ ПІІДД вигнутого кристалу в [1] було запропоновано використати напівфеноменологічну формулу:

$$R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{dif}} = R_{\mathrm{i}}^{\mathrm{dif}}(1 + \alpha' BT + \beta' B^2T^2)\exp(-\gamma'\left|1/r\right|^{\delta'}\sqrt{M_0'^*}), \qquad (2)$$

де $R_{\mathrm{i}}^{\mathrm{dif}}$ — величина дифузної складової ПІІДД кристалу з мікродефектами без вигину, $M_0'^* = M_0 + \mu^* t$, μ^* — коефіцієнт ефективного поглинання дифузної складової ПІІДД за рахунок переходу частини інтенсивності при перерозподілі дифузного фона в результаті його вторинного розсіяння на дефектах. Значення коефіцієнтів α′, β′, γ′ и δ′ підбираються шляхом підгонки розрахованих кривих до експериментальних ДЗ ПІІДД для пружно вигнутого кристалу.

Однак для динамічно «товстих» кристалів ($\mu_0 t > 1$) формула (2) може не завжди коректно описувати ДЗ ПІІДД. Це пов'язано з тим, що ця формула не враховує в явному вигляді явище аномального проходження дифузної складової ПІІДД. Тому в даній роботі для ДЗ дифузної складової ПІІДД запропоновано вираз:

$$R_{\mathrm{ib}}^{\mathrm{dif}} = R_{\mathrm{i}}^{\mathrm{dif}}\exp(\mu_0 t\eta'/r)(1 + \alpha' BT + \beta' B^2T^2)\exp(-\gamma'\left|1/r\right|^{\delta'}\sqrt{M_0'^*}). \qquad (3)$$

Відмінність формули (3) від формули (2) полягає у наявності множника $\exp(\mu_0 t\eta'/r)$, який описує аномальне проходження випромінення через «товстий» кристал. Множник η′ визначається дефектною структурою кристалу. Наприклад, якщо монокристал містить кластери, середній радіус R_{cl} яких є спів розмірним з довжиною екстинкції Λ, то $\eta' = \eta''(R_{\mathrm{cl}}/\Lambda)$, де η″ — певна константа. В результаті, якщо розмір кластерів малий, введена додаткова експонента $\exp(\mu_0 t\eta'/r)$, прямує до 1 та не дає внеску у відбивну здатність. Однак, якщо в кристалі присутні дефекти, розміри яких співставні з довжиною екстинкції або більші за неї, цей множник може стати суттєво більшим за одиницю.

Для ілюстрації працездатності моделі (1)–(3) було проведено ви-

значення характеристик трьох типів дефектів, одночасно присутніх у зразку монокристалу CZ Si, для якого відома лише температура відпалу (1160°C) та невідома його тривалість. Згідно з літературними даними [6] після такої термообробки в зразку повинні утворитися дископодібні кластери SiO_2 з концентрацією $c_{cl} = 3{,}135 \cdot 10^8$ см$^{-3}$, а також малі і великі дислокаційні петлі. При цьому з літератури також відомий зв'язок між величинами параметрів дислокаційних петель та величиною об'ємної долі дископодібних кластерів.

В даній роботі за формулами (1), (2) оброблено експериментальні ДЗ ПІДД, позначені маркерами на рис. 1, 2, одержані для монокристалу Si в наближенні «тонкого» кристалу, при використанні (220) і (440) відбивань та MoK_α-випромінення та за формулами (1), (3) — експериментальні ДЗ ПІДД, позначені маркерами на рис. 3, одержані для монокристалу Si в наближенні «товстого» кристалу, при використанні (220) відбивання та CuK_α-випромінення.

На рисунках 1–3 суцільними лініями представлено результати підгонки модельних ДЗ ПІДД до експериментальних. В результаті визначено як параметри дефектної структури — середній радіус

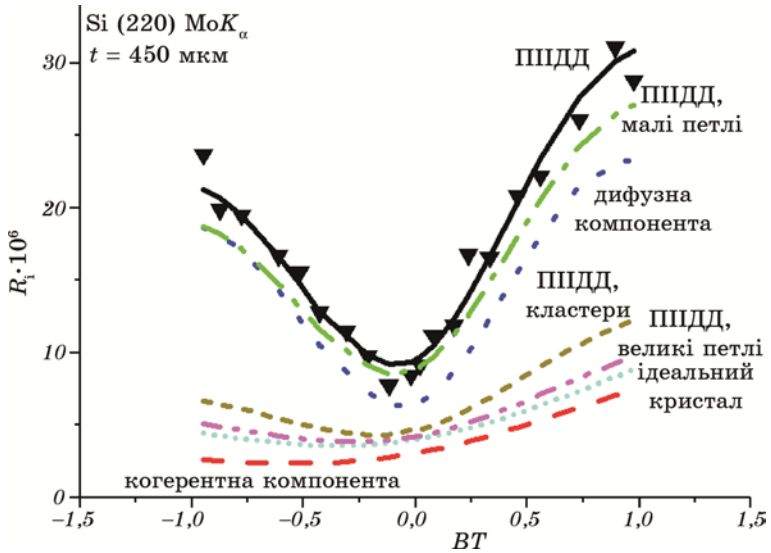

Рис. 1. ДЗ ПІДД для відпаленого кристала Si, відбивання (220), випромінення MoK_α. Розрахунки проведено при значеннях параметрів: $\alpha'/\alpha = 1{,}4$, $\beta'/\beta = 6{,}15$, $\gamma'/\gamma = 18{,}6$, $L = 0{,}0113$, $\mu_{ds} = 0{,}000837$ мкм$^{-1}$ ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0{,}589$), $\mu^* = 0{,}000164$ мкм$^{-1}$ ($\mu^*/\mu_0 = 0{,}1153$).

Fig. 1. DD of TIIDD of annealed Si crystal, reflex (220), radiation MoK_α. The calculations were performed for parameter values: $\alpha'/\alpha = 1.4$, $\beta'/\beta = 6.15$, $\gamma'/\gamma = 18.6$, $L = 0.0113$, $\mu_{ds} = 0.000837$ μm^{-1} ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0.589$), $\mu^* = 0.000164$ μm^{-1} ($\mu^*/\mu_0 = 0.1153$).

$R_{cl} = 0{,}577$ мкм та товщину $h_{cl} = 0{,}013$ мкм дископодібних кластерів, середні радіуси і концентрації великих і малих дислокаційних петель: $R_l = 0{,}856$ мкм, $c_l = 3{,}625 \cdot 10^7$ см$^{-3}$, $R_{sm.l.} = 0{,}11$ мкм, $c_{sm.l.} = 2{,}985 \cdot 10^{11}$ см$^{-3}$, так і параметри ДЗ дифузної складової ПІДД, значення яких наведено у підписах до рисунків. Базуючись на параметрах дефектної структури вдалося визначити час відпалу — 4,5 години.

Рисунки 1–3 демонструють переважний вплив дифузної складової на особливості поведінки ДЗ ПІДД для зразка кремнію, відпаленого за температури 1600°С. При негативних деформаціях ДЗ дифузної складової ПІДД практично співпадає з експериментальною ДЗ ПІДД.

З рисунку 1 видно, що наявність в зразку великої концентрації дрібних петель різко збільшує ПІДД при будь-якому ступені деформації (штрих-пунктирна лінія) в порівнянні з ІДД, розрахованою для ідеального кристала (подвійний пунктир). Наявність в зразку малої концентрації великих петель, ДЗ ПІДД для яких зображена штрих-подвійним пунктиром, мало збільшує ПІДД в порівнянні з

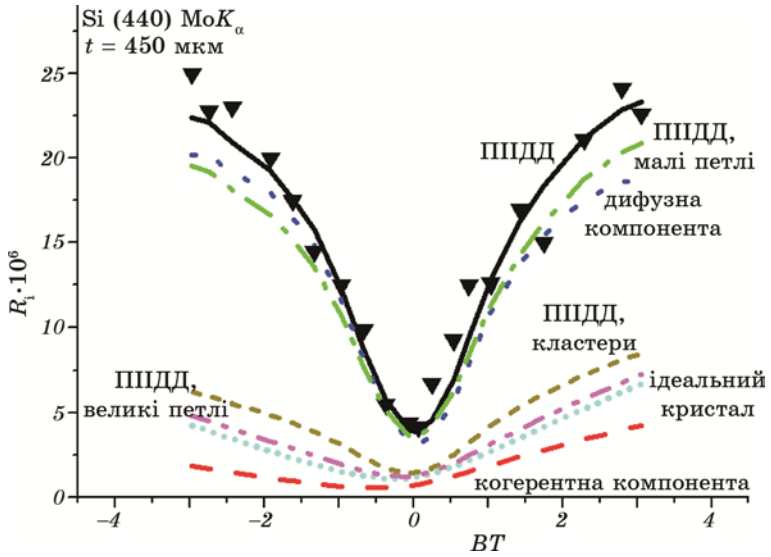

Рис. 2. ДЗ ПІДД для відпаленого кристала Si, відбивання (440), випромінення MoK_α. Розрахунки проведено при значеннях параметрів: $\alpha'/\alpha = -0{,}6$, $\beta'/\beta = 3{,}5$, $\gamma'/\gamma = 12{,}3$, $L = 0{,}0321$, $\mu_{ds} = 0{,}00134$ мкм$^{-1}$ ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0{,}9423$), $\mu^* = 0{,}000256$ мкм$^{-1}$ ($\mu^*/\mu_0 = 0{,}180$).

Fig. 2. DD of TIIDD of annealed Si crystal, reflex (440), radiation MoK_α. The calculations were performed for parameter values: $\alpha'/\alpha = -0.6$, $\beta'/\beta = 3.5$, $\gamma'/\gamma = 12.3$, $L = 0.0321$, $\mu_{ds} = 0.00134$ μm^{-1} ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0.9423$), $\mu^* = 0.000256$ μm^{-1} ($\mu^*/\mu_0 = 0.180$).

розрахунком для ідеального кристала. Кластери збільшують ПІДД більше, ніж великі петлі, але внесок їх теж не великий.

Рисунок 2 ілюструє зменшення впливу на величину ПІДД дрібних петель і збереження впливу на величину ПІДД кластерів і великих петель при збільшенні ефективної деформації в два рази в результаті використання відбивання більш високого порядку.

З рисунку 2 видно, що при великих деформаціях ДЗ ПІДД для великих петель, зображена штрих-подвійним пунктиром, та ДЗ ПІДД для кластерів, зображена пунктиром, не співпадають з ДЗ ПІДД, розрахованою для ідеального кристала (подвійний пунктир). У той же час ДЗ ПІДД для дрібних петель, зображена штрих-пунктиром, при великих деформаціях більше відхиляється як від ДЗ ПІДД, розрахованої для трьох типів дефектів (суцільна лінія), так і від ДЗ ПІДД, виміряної експериментально.

Аналіз результатів, наведених на рисунках 1 і 2, показує, що використання ДЗ ПІДД, отриманої в наближенні «тонкого» кристалу не дозволяє визначити характеристики великих петель і кластерів. Крім того, характеристики дрібних петель без урахування наявнос-

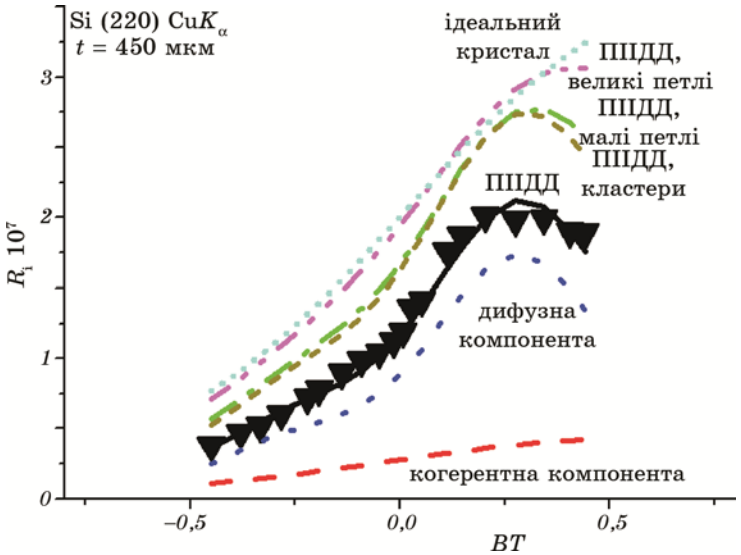

Рис. 3. ДЗ ПІДД для відпаленого кристала Si, відбивання (220), випромінення CuK_α. Розрахунки проведено при значеннях параметрів: $\alpha'/\alpha = 1{,}4$, $\beta'/\beta = 15$, $\gamma'/\gamma = 11{,}5$, $L = 0{,}0113$, $\mu_{ds} = 0{,}00309$ мкм$^{-1}$ ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0{,}217$), $\mu^* = 0{,}000715$ мкм$^{-1}$ ($\mu^*/\mu_0 = 0{,}0502$).

Fig. 3. DD of TIIDD of annealed Si crystal, reflex (220), radiation CuK_α. The calculations were performed for parameter values: $\alpha'/\alpha = 1.4$, $\beta'/\beta = 15$, $\gamma'/\gamma = 11.5$, $L = 0.0113$, $\mu_{ds} = 0.00309$ μm^{-1} ($\mu_{ds}/\mu_0 = 0.217$), $\mu^* = 0.000715$ μm^{-1} ($\mu^*/\mu_0 = 0.0502$).

ті інших дефектів були б визначені неправильно.

Рисунок 3 ілюструє посилення впливу на поведінку ДЗ ПІДД кластерів в результаті використання випромінювання з більшою довжиною хвилі (тобто переходу до наближення «товстого» кристала).

З рисунку 3 видно, що асиметрія ДЗ ПІДД, розрахованої тільки для кластерів (пунктир), більше, ніж асиметрія ДЗ ІДД, розрахованої для ідеального кристала (подвійний пунктир), асиметрія ДЗ дифузної складової ПІДД (пунктир), асиметрія ДЗ ПІДД, розрахованої тільки для дрібних петель (штрих-пунктир) і асиметрія ДЗ ПІДД, розрахованої для всіх типів дефектів, присутніх в зразку (суцільна лінія). Коефіцієнт $\eta' = 2{,}5 \cdot 10^5$ мкм, тобто множник $\exp(\mu_0 t \eta' / r)$, що описує явище аномального проходження дифузної складової ПІДД за наявності в монокристалі кластерів, середній радіус яких порівняний з довжиною екстинкції, не дорівнює одиниці. Слід зазначити, що в даному випадку $R_{cl}/\Lambda = 0{,}038$.

Отже, в наближенні «тонкого» кристалу визначальним типом дефектів є дрібні петлі, а в наближенні «товстого» кристалу — дрібні петлі і кластери. Це дало можливість визначити параметри обох типів дефектів.

Таким чином, можна вважати, що для кожної з трьох досліджених умов дифракції знайдено приблизні величини параметрів, що описують ДЗ ПІДД для монокристалу із складною дефектною структурою.

Слід зазначити, що в дослідженому зразку вплив на ДЗ ПІДД кластерів в наближенні «товстого» кристалу є суттєвим. Прояв аномального проходження дифузної складової ПІДД за наявності в монокристалі кластерів помітно зростає при збільшенні відношення R_{cl}/Λ від 0,023 до 0,040.

Таким чином, вимірювання ДЗ ПІДД за різних умов дифракції та в різних областях деформації можуть дозволити визначити як параметри дефектної структури, так і необхідні характеристики ДЗ. В результаті з'являється можливість за допомогою навіть відносно простих моделей проводити кількісну оцінку характеристик хаотично розподілених дефектів методом ДЗ ПІДД.

Для подальшого розвитку методу ДЗ ПІДД необхідно або подальше удосконалення евристичних моделей, або узагальнення строгої динамічної теорії розсіяння випромінення в слабо вигнутих монокристалах з дефектами на випадок більш сильних вигинів.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, В. В. Лизунов, Н. Г. Толмачев, С. В. Дмитриев, Л. И. Макаренко, О. В. Решетник, Т. П. Владимирова, Я. В. Василик, И. Н. Заболотный, *Металлофиз. новейшие технол.*, **41**,

№ 12: 1677 (2019).
2. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, В. В. Лизунов, В. В. Молодкин, С. В. Дмитриев, Л. И. Макаренко, О. С. Кононенко, И. И. Демчик, Н. П. Ирха, *Металлофиз. новейшие технол.*, **40**, № 9: 1133 (2018).
3. Ф. Н. Чуховский, *Металлофизика*, **2**, № 6: 3 (1980).
4. Ф. Н. Чуховский, *Металлофизика*, **3**, № 5: 3 (1981).
5. F. N. Chukhovsskii and P. V. Petrashen, *Acta Cryst. A*, **33**: 311 (1977).
6. A. Borghesi, B. Pivac, A. Sassella, and A. Stella, *J. Appl. Phys.*, **77**, No. 9: 4169 (1995).

REFERENCES

1. V. B. Molodkin, H. I. Nyzkova, V. V. Lizunov, N. G. Tolmachev, S. V. Dmitriev, L. I. Makarenko, O. V. Reshetnik, T. P. Vladimirova, Ya. V. Vasylyk, and I. N. Zabolotnyy, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **41**, No. 12: 1677 (2019) (in Russian).
2. V. B. Molodkin, H. I. Nyzkova, V. V. Lizunov, V. V. Molodkin, S. V. Dmitriev, L. I. Makarenko, O. S. Kononenko, I. I. Demchyk, and N. P. Irkha, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 9: 1133 (2018) (in Russian).
3. F. N. Chukhovskii, *Metallofizika*, **2**, No. 6: 3 (1980) (in Russian).
4. F. N. Chukhovskii, *Metallofizika*, **3**, No. 5: 3 (1981) (in Russian).
5. F. N. Chukhovsskii and P. V. Petrashen, *Acta Cryst. A*, **33**: 311 (1977).
6. A. Borghesi, B. Pivac, A. Sassella, and A. Stella, *J. Appl. Phys.*, **77**, No. 9: 4169 (1995).