

ОБРАЗОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО МУАРА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК. РЕНТГЕНОВСКИЕ ИНТЕРФЕРОМЕТРЫ

А.О. Абоян, С.Г. Агбальян

Национальный политехнический университет Армении

Излагаются современные представления об условиях образования картин муара, возникающих при последовательной дифракции быстрых электронов или рентгеновских лучей в кристаллических системах. Проведены стереометрические исследования несовершенств кристаллов с применением кратных интерферометров. Показаны недостатки обычных рентгенодифракционных и рентгеноинтерферометрических методов исследования несовершенств кристаллов. Предлагается совершенный метод стереометрической топографии с целью выявления дефектов в монокристаллах. Экспериментально показано, что кратными интерферометрами можно обнаружить и линии сегрегации, и полосы смещения, и муаровые картины различных несовершенств.

Ключевые слова: ротационный, дилатационный и смешанные рентгеновские муары, двукратные двух- и трехкристальный интерферометры, линии сегрегации, линии смещения.

Введение. В своих работах А.В. Шубников уделял сравнительно много внимания явлению оптического муара [1 - 3], который он использовал для решения самых разнообразных задач, связанных с разрабатываемыми им вопросами симметрии, изучением групповых волн и растровой оптики. С этой целью он построил большое количество различных решеток и действующих демонстрационных моделей. Он определил муар как оптический эффект, который проявляется при рассмотрении на свет двух наложенных друг на друга сеток. Эти исследования и полученные им результаты дали ему возможность глубоко проникнуть в природу муара и предсказать возможные его применения, которые в то время казались невероятными.

В 1927 г. в журнале “Природа” [1] он писал: “Да простят нам нашу мечту строгие критики, почему бы нельзя было использовать вместо двух шелковых сеток две тождественные, весьма тонкие кристаллические пластинки, например, слюды, которые ведь можно рассматривать тоже как сетки атомов, если не для рассматривания самих атомов, то хотя бы для определения их размеров и расположения”.

Значение этих слов трудно переоценить. Однако эти предсказания были реализованы только в 1957 г. в области электронной микроскопии [4, 5], что

позволило непосредственно увидеть различные дефекты атомной решетки. Реализация идей А.В. Шубникова в области рентгеновской дифракции задержалась из-за значительных экспериментальных трудностей, связанных с предельно высокой чувствительностью рентгеновского муара.

1. Рентгеновский муар. Как известно [6], взаимодействие различных волн с кристаллом всегда приводит к образованию в нем полей, амплитуды которых связаны с периодом его решетки. Почти то же самое имеет место в случае взаимодействия рентгеновских лучей с кристаллом. Если на кристалл **1** (рис. 1) падает первичная рентгеновская волна с амплитудой D_o^i точно под углом

Брэгга θ к плоскости, след которой представлен отрезком OP , то, как утверждает динамическая теория дифракции рентгеновских лучей идеальным кристаллом, в нем в простейшем случае (поглощающий кристалл и только одно состояние поляризации) образуются только две волны с амплитудами D_o и D_h , модулированными по периоду решетки $|H_1| = 1/d_{hkl}$, где H_1 - вектор обратной решетки отражающих плоскостей кристалла **1**. Эти две когерентно связанные волны, накладываясь, образуют поле стоячих волн с периодом H_1 не только внутри кристалла **1** (треугольник AOC), но и вне кристалла (треугольник ABC), где они, расходясь в направлениях падения (D_o) и отражения (D_h), накладываются друг на друга.

Если теперь на кристалл **1** наложить почти такой же кристалл **2** так, чтобы оба кристалла одновременно находились в отражающем положении, то в кристалле **2** также возникнет стоячее волновое поле с периодом $|H_2| = 1/d_2$. Это поле накладывается на поле кристалла **1** в области треугольника ABC . Если кристаллы очень слабо разориентированы или разность $d_1 - d_2 = \Delta d$ очень мала, то появится интерференция между налагаемыми полями, определяемая разностью $H_1 - H_2 = \Delta H$. Эта интерференция обнаруживается в волнах D_o и

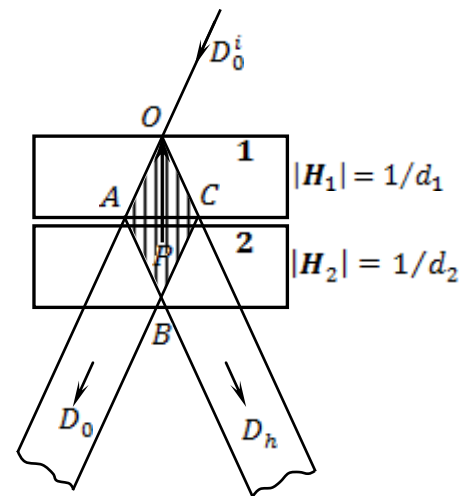


Рис. 1. Схема расположения полей для случая двух кристаллов

D_h . Картину полос интерференции двух рентгеновских полей, полученных в результате дифракции одновременно от пары кристаллов, называют рентгеновским муаром. Для получения муаровой картины существенно, чтобы ΔH была малой величиной, разрешающей одновременно отражение от двух кристаллов.

2. Геометрия полос муара. Период полос и их расположение относительно отражающей плоскости определяются величиной и направлением ΔH [7, 8], но ΔH может меняться как по величине, так и по направлению.

Период полос. Обычно рассматривают три характерных случая зависимости периода полос Λ муара от величины ΔH .

В первом случае меняется только модуль H , т.е. решетка одного из кристаллов сжата или растянута; такой муар называют дилатационным, при этом $|\Delta H| = 1/d_1 - 1/d_2$, а период полос

$$\Lambda_D = \frac{1}{|\Delta H_D|} = 1/d_1 - 1/d_2 = \frac{d_1 d_2}{d_1 - d_2} \approx \frac{d}{\Delta d/d}. \quad (1)$$

Во втором случае меняется только направление H , а абсолютная величина H остается постоянной, т.е. $d_1 = d_2$; такой муар называют ротационным. Тогда имеет место

$$\Lambda_R = \frac{1}{|\Delta H_R|} = \frac{1}{(1/d)2 \sin \varepsilon / 2} = \frac{d}{\varepsilon}. \quad (2)$$

В третьем случае – $\Delta H = \Delta H_D + \Delta H_R$, т.е. H меняется по величине и по направлению; такой муар называют смешанным. Тогда имеет место

$$\frac{1}{\Lambda_{см}} = \sqrt{\left(\frac{1}{\Lambda_D}\right)^2 + \left(\frac{1}{\Lambda_R}\right)^2}. \quad (3)$$

Расположение полос муара относительно плоскости отражения. Теория муара утверждает, что полосы муара всегда перпендикулярны ΔH . При этом оказывается, что полосы дилатационного муара параллельны направлению брэгговской плоскости, а в случае ротационного муара – перпендикулярны. В случае смешанного муара направление полос определяется отношением величин ΔH_D , и ΔH_R .

Угол между полосами муара и перпендикуляром к брэгговской плоскости определяется приближенным уравнением

$$\operatorname{tg} \beta \approx \frac{\Delta H_D}{\Delta H_R} = \frac{\Delta d}{\varepsilon d}. \quad (4)$$

Следовательно, по муаровой картине исследуемого кристалла можно определить величину и характер деформации одного из кристаллов, т.е. указать, претерпела ли решетка поворот или объемные изменения, или имеет место смешанная деформация.

Из формул (1) – (3) видно, что период полос, во-первых, не зависит от длины волны падающего излучения; во-вторых, прямо пропорционален межплоскостному расстоянию d_{hkl} .

Пользуясь этими выводами, можно легко установить, имеем ли мы дело с муаром или другим видом интерференционных полос (например, полосами маятниковой интерференции [9]). Для этой цели особенно удобным является второй вывод, так как, меняя порядок отражения n , мы соответственно меняем в n раз период полос муара, т.е.

$$\Lambda_{hkl} = n\Lambda_{nh, nk, nl}. \quad (5)$$

Для оценки высокой чувствительности измерений, получаемой с помощью рентгеновского муара, рассмотрим формулы (1) и (2). Если положить $\Lambda = 1$ см, что при рентгенотопографических исследованиях вполне возможно (так как амплитуда сканирования достигает 5 ... 6 см [10]), полагая $d \sim 10^{-8}$ см, то из формул (1) и (2) следует, что $\Delta d/d \sim 10^{-8}$, а $\varepsilon \sim 10^{-8}$ рад или 10^{-2} дуг. с.

Формулы (1) – (4) тем точнее, чем меньше разность $|d_1 - d_2|$ или угол поворота кристаллов ε , т.е. точность измерений увеличивается с уменьшением $\Delta d/d$ и ε .

3. Обнаружение рентгеновского муара. Линейные размеры поля зрения рентгеновской топографии в 10^4 раза больше линейных размеров поля зрения электронного микроскопа, поэтому чувствительность рентгеновского муара во столько же раз больше электронно-микроскопического муара. Первое время казалось, что рентгеновский муар невозможно экспериментально наблюдать из-за большой сложности получения очень малой разориентировки накладываемых кристаллов. Однако повышение техники рентгеновской топографии и значительные успехи в технике выращивания совершенных кристаллов больших размеров подготовили эту возможность. Впервые экспериментально удалось наблюдать рентгеновский муар на кристалле природного кварца, в котором была создана трещина, проникаемая в глубь кристалла на 2 ... 3 мм [11]. Эта трещина разделила кристалл на две одновременно отражающие части. При этом угловая разориентировка двух частей кристалла не превышала ширину кривой отражения совершенного кристалла.

Почти одновременно и независимо от [11] в Японии получили рентгеновский муар на кристаллах CdS [12], на которые были нанесены эпитаксиаль-

ные пленки CdS, содержащие некоторое количество примесей, изменивших слегка межплоскостное расстояние кристалла наращенной пленки.

Последующие детальные исследования подтвердили вывод о независимости периода полос муара от длины волны падающего излучения [13]. Если для осуществления электронного муара решающую роль сыграл метод дифракционной микроскопии, то для дальнейшего исследования рентгенового муара наиболее существенным должен быть признан метод рентгеновской интерферометрии. Рентгеновские интерферометры, созданные Бонзе и Хартом [14 - 17], а также кратные интерферометры, созданные на кафедре физики Национального политехнического университета Армении [18, 19], отличаются от оптических тем, что вместо преломления и отражения в линзах и зеркалах используются правильные отражения в кристаллах. Это вызвано ничтожным отличием коэффициентов преломления рентгеновских лучей от единицы и трудностями в использовании зеркального отражения. Существуют интерферометры с отражениями по Лауэ, по Брэггу и с использованием обоих типов отражений. Наибольшее значение имеют первые.

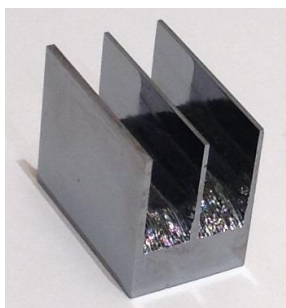


Рис. 2. Фотоснимок трехкристального рентгеновского интерферометра

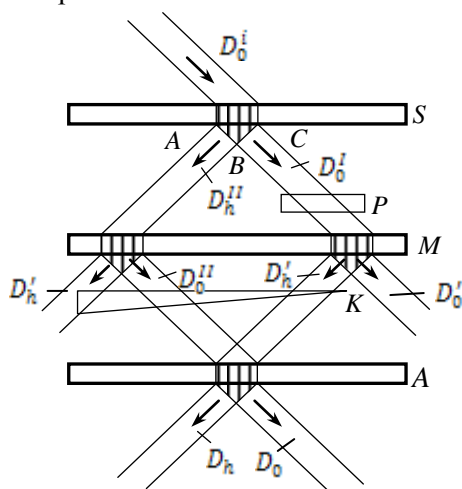


Рис. 3. Схема хода лучей в трехкристальном интерферометре

В первых экземплярах этих приборов [14, 15] использовался один монокристаллический блок кремния. Прибор состоял из трех параллельных пластинок на общем основании (рис. 2): использовались отражения от плоскостей (220), которые расположены перпендикулярно к плоскости пластин и поверхности основания. Принцип работы трехкристального интерферометра можно понять из схемы рис. 3. Пусть рентгеновская волна амплитуды D_0^i падает под

углом Брэгга θ на отражающую плоскость кристалла S (расщепитель). Если опять, для простоты, рассматривать кристалл с поглощением, то на выходе из кристалла S образуются две волны почти равной амплитуды D_o^I и D_h^I , распространяющиеся по каналам I и II. Эти волны имеют амплитуды, модулированные по периоду решетки d_s , а их взаимодействие внутри кристалла S приводит к образованию поля стоячих волн с периодом H_s . Далее эти волны падают под углом θ к отражающей плоскости кристалла M (зеркало). На его выходе образуются две пары волн: D_h^I , D_o^I и D_o^{II} , D_h^{II} . Волны D_o^I и D_h^{II} далее не принимают участия в работе интерферометра, тогда как другая пара волн D_o^{II} и D_h^I должна точно сойтись на поверхности кристалла A (анализатор) и образовать поле стоячих волн, точно такое, какое было в кристалле S . Волны D_o^{II} и D_h^I точно сойдутся на поверхности кристалла A в том случае, если кристалл M одинаково удален от кристаллов S и A , а все три кристалла должны иметь примерно одинаковую толщину. Расчеты показывают [16], что точность размеров вырезанных канавок в интерферометре не хуже ± 5 мкм (идеальная геометрия). Поле стоячих волн, образованное волнами D_o^{II} и D_h^I в кристалле A , взаимодействует с полем решетки периода d_A . И если геометрия интерферометра идеальная, а кристаллы S , M и A высокосовершенные, то на выходе кристалла A образуются две волны D_o и D_h .

Эти волны имеют период, равный $d_A=d_s=10^{-10}$ м, который невозможно обнаружить экспериментально (фотографически). Но если волнам каналов I и II сообщить сдвиг фаз [16], вводя на пути одной из них фазовую пластинку P , или упруго сдвинуть один из кристаллов интерферометра (например, A) на долю периода d_{hkl} , или повернуть A на малый угол ε , или слегка нагреть A , или внести в него дефект (дислокаций), то в первых двух случаях получим периодическое изменение интенсивности D_o и D_h . В остальных случаях получим соответственно картины полос ротационного, дилатационного и смешанного муаров с периодами полос, зависящими от угла ε и определяемыми по формулам (1) – (3) [16]. Чтобы доказать, что в интерферометре, построенном из идеального кристалла, действительно совершается интерференция [16], на пути волны вводится клин K из плексигласа (рис. 3). Тогда на выходе интерферометра в волнах D_o и D_h счетчик излучений зафиксирует периодическое изменение интенсивности как функцию сдвига клина K . Записанная кривая изменения интенсивности оказалась квадратом синуса фазы, что и следовало ожидать из теоретических соображений.

Для характеристики когерентности интерферирующих волн D_0 и D_h параметр V рассчитывался в виде

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} = 91\%. \quad (6)$$

Величина $V=91\%$ характеризует очень высокую степень когерентности лучей. Это тем более интересно, что интерферирующие волны после выхода из кристаллов S и M пространственно разделены большими расстояниями, что обычно должно сопровождаться нарушениями когерентности [20].

Трехкристальный ЛЛЛ интерферометр можно использовать и для исследования степени совершенства кристаллов. Пример такого исследования представлен на топограмме (рис. 4), снятой с рефлекса 220 с интерферометра (рис. 2), изготовленного из высокосовершенного кристалла кремния [21]. В этом случае ось интерферометра $S - A$ расположена вдоль направления роста кристалла. Следовательно, муаровая картина должна показать возможные неоднородности роста. Так как на топограмме отражающая плоскость (110) расположена вертикально, то вертикальные полосы муара в верхней части топограммы принадлежат дилатационному муару, и по формуле (1) оказывается, что $\Delta d/d=5,2 \cdot 10^{-7}$. В нижнем правом углу имеется несколько тесно расположенных дислокаций, которые, согласно (2), вызвали локальный поворот, $\varepsilon = 0,35''$.

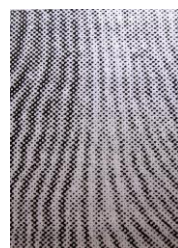


Рис. 4. Секционная топограмма

Таким образом, кристалл, из которого сделан интерферометр, является почти бездислокационным и высокосовершенным. В нем имеется очень мало примесей и точечных дефектов, или они расположены чрезвычайно равномерно. Обычные рентгенотопографические исследования не в состоянии дать какую-либо количественную оценку кристаллам такой высокой степени совершенства [21].

Дальнейшее развитие техники рентгеновского муара связано с появлением трехкристального составного интерферометра [22], в котором кристалл A отделен от комплекса $S - M$. В этом случае кристалл A может быть вырезан из любого другого кристалла, что резко расширяет возможности при исследовании природы дефектов и степени совершенства кристаллов. Однако такие составные интерферометры требуют трех независимых рентгеновских источников, кроме того, возникают дополнительные затруднения, связанные с механической стабилизацией. В связи с этим предложена другая модель, свободная от этих трудностей, в которой система вырезов в основании интерферометра между кристаллами A и M позволяет передвигать кристалл A трансляционно на $0,1 \dots 1 \text{ мкм}$

с точностью до $0,02 \text{ \AA}$ [23]. В случае составных интерферометров это перемещение кристалла достигает 20 мкм [22, 24]. До сих пор мы рассматривали только интерферометры, в которых использовалась Лауэ-дифракция. Эти интерферометры получили наибольшее распространение и имеют большое практическое и научное применение. Однако были сконструированы и опробованы интерферометры, использующие брэгговскую дифракцию (отражение от поверхности) [25]. Кроме того, описан также интерферометр, в котором используются элементы как с Лауэ-дифракцией, так с брэгговской дифракцией [26]. Брэгговские интерферометры пока не получили широкого распространения.

4. Исследование несовершенств кристаллов кратными интерферометрами. Основная задача рентгеноинтерферометрических методов исследования несовершенств кристаллов сводится к получению интерферометрических дифракционных изображений несовершенств кристаллов с большим разрешением и их однозначной интерпретации.

Если на первых порах изображения рентгеновских интерферометров получили достаточно широкое применение, то в последнее время такого большого интереса к этим исследованиям не имеется. Дело в том, что из-за большой чувствительности рентгеноинтерферометрических дифракционных картин ко всяким незначительным деформациям кристаллической решетки эти картины сильно осложняются, и поэтому их однозначные интерпретации порой чрезмерно затрудняются.

Следовательно, для повышения эффективности интерферометрических исследований несовершенств кристаллов необходимо разработать новые методы, которые бы облегчили расшифровку дифракционных картин, т.е. позволили получить поддающиеся расшифровке дифракционные картины.

С этой целью проведены стереометрические исследования несовершенств кристаллов с применением кратных интерферометров.

4.1. Рентгеновская дифракционная стереометрическая топография несовершенств монокристаллов. Показаны недостатки рентгенодифракционных и рентгеноинтерферометрических топограмм несовершенств кристаллов. Вопрос решен с помощью симметрично эквивалентных семейств отражающих плоскостей в кратных интерферометрах [18, 19, 21].

Обычные рентгеновские дифракционные проекционные топограммы несовершенств кристаллов имеют существенные недостатки.

Во-первых, во время проекционного топографирования пространственные изображения несовершенств кристаллов проецируются на плоскости (на рентгеновской пленке или пластинке), в результате чего трехмерная пространственная картина превращается в двумерную плоскую картину. Более

того, дифракционные изображения дефектов, расположенных в различных глубинах кристалла, но дающих изображение в одном и том же дифрагированном пучке (в одном и том же направлении), часто проецируются друг на друга. Эти обстоятельства, которые обусловлены ограниченностью возможностей обычной рентгеновской дифракционной проекционной топографии, значительно уменьшают пространственное и линейное разрешения топограмм.

Во-вторых, как известно, смещение рассеивателей (атомов - мотивов) в отражающих плоскостях не приводит к добавочным разностям фаз между волнами, рассеянными в направлении точки наблюдения. Следовательно, дифракционные изображения фактически являются картинками таких дефектов (или их частей), которые приводят к смещениям в направлении нормалей отражающих плоскостей. Таким образом, обычные дифракционные изображения несовершенств (дефектов), содержащихся в дифрагированных пучках, даже до их проецирования, не являются полными: они преимущественно представляют картины полей деформации, возникаемых в направлении нормали отражающих плоскостей. Другими словами, рентгеновские рефлексы реагируют на структурные дефекты только в том случае, когда деформационные сдвиги атомов, вызванные этими дефектами, перпендикулярны к атомным плоскостям, отражением от которых образуется данный рефлекс. Строго говоря, дефекты, сдвиги которых лежат на отражающих плоскостях, не влияют на интенсивность рефлексов. В частности, контраст (видимость) дислокационной линии (изображения) сильно зависит от ориентации вектора Бюргерса относительно отражающих плоскостей – изображение дислокации имеет максимальный контраст, когда вектор Бюргерса перпендикулярен отражающим плоскостям. Далее, контраст полос сегрегации зависит от ориентации отражающих плоскостей относительно оси роста кристалла – они наблюдаются с максимальным контрастом. В случае, когда дифракционный вектор перпендикулярен оси роста, то полосы сегрегации невидимы. В случае, когда в сегрегированных областях кристалла одновременно имеются и выделения, то полосы сегрегации наблюдаются независимо от величины угла между дифракционными векторами и осью роста кристалла.

Таким образом, топограммы и интерферограммы, полученные от одного семейства отражающих плоскостей, не дают полной картины несовершенств исследуемого кристалла. Поэтому для более полного описания деформированного состояния кристаллов необходимо получить дефектограмму от одного и того же кристалла с помощью хотя бы двух или трех плоскостных семейств, отличающихся ориентациями.

Итак, возникает острая необходимость разработки рентгеновской дифракционной полной стереометрической топографии несовершенств монокристаллов.

Лангом был предложен стереометрический метод проекционной топографии [27]. Для этого он использовал отражающие hkl и $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ плоскости. Однако нетрудно убедиться в том, что этот метод не позволяет устранить второй недостаток, о котором было отмечено выше. Действительно, ведь нормали плоскостей hkl и $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ фактически совпадают, и дифрагированные лучи содержат изображения поля деформации только в этом направлении. Этот стереометод только частично решает вопрос первого недостатка – он в какой-то мере решает вопрос относительного расположения дефектов в облучаемом объеме кристалла.

Для более или менее полного решения вопроса необходимо пользоваться симметрично эквивалентными семействами отражающих плоскостей, составляющими между собой сравнительно большие углы.

Ясно, что однозначная интерпретация изображения дефектов значительно облегчается, когда рентгенограммы получены симметричным отражением от семейств, имеющих одинаковые межплоскостные расстояния, т.е. принадлежащих одной и той же совокупности плоскостей - комплексу симметрично эквивалентных плоскостей.

При решении вопроса необходимо иметь в виду, что интерферометрические методы исследования несовершенств кристаллов более чувствительны, чем простые, топографические. Однокристаллические (простые) топографические картины, позволяющие прямое наблюдение дефектов в кристаллах, являются изображениями несовершенств, а интерферометрические картины представляют собой интерференционные узоры, вызванные полем деформации нарушений кристаллической решетки, дающие возможность судить о них. Однако разрешение и чувствительность интерферометрических методов гораздо больше, чем топографических, более того, топографическими методами трудно обнаружить однородные деформации в отдельных кристаллах. С другой стороны, в интерферометрических исследованиях в одном и том же интерферометре, в общем случае, достаточно трудно пользоваться двумя или тремя семействами, принадлежащими одному и тому же комплексу симметрично эквивалентных, сильно отражающих плоскостей.

Известны рентгеноинтерферометрические способы исследования несовершенств кристаллов [14,15]. Во всех исследованиях использованы одинарные интерферометры - одно семейство отражающих плоскостей. В таких интерферометрах, как правило, только одно семейство сильно отражающих плоскостей,

принадлежащих одному и тому же комплексу симметрично эквивалентных плоскостей и удобно расположенных (ориентированных) для отражения, поэтому интерферограммы, полученные от этих интерферометров, не дают полной картины несовершенств исследуемого кристалла. Нами предложен новый рентгеноинтерферометрический способ, более полно описывающий поля деформации кристаллов. Цель достигается с помощью кратных интерферометров.

Кратность интерферометра, как увидим ниже, определяется числом семейств отражающих плоскостей, принадлежащих одному и тому же комплексу симметрично эквивалентных плоскостей, удобно расположенных (ориентированных) для получения отражений (см. рис. 5а и б; 10а и б).

4.2. *Двукратные двух- и трехкристальный интерферометры.* Проведены исследования несовершенств кристаллов двух- и трехкристального двукратных интерферометров.

Все экспериментальные исследования были проведены на кремниевых образцах. Как видно из формулы в кубической сингонии:

$$\cos \alpha = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}, \quad (7)$$

угол α между (110) и $(1\bar{1}0)$ симметрично эквивалентными плоскостями равен 90° (удобное сочетание для двукратного интерферометра). Поэтому для достижения нашей цели нами были изготовлены двух- и трехкристальный двукратные интерферометры из кристалла кремния (рис. 5а и б).

Двухкристальный двукратный интерферометр состоит из двух параллелепипедных блоков, разделенных параллелепипедным воздушным зазором. Толщины блоков (равные 4,5 мм) таковы, что при этих значениях в кристалле кремния имеет место бормановское аномальное поглощение MoK_α излучения. Ширина зазора – 300 мкм.

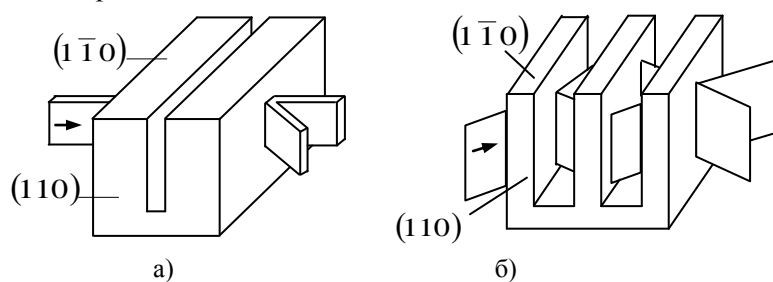


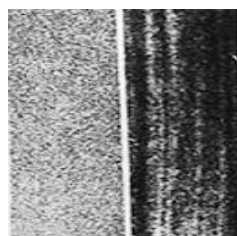
Рис. 5. Двукратные интерферометры:
а – двухкристальный, б - трехкристальный

Как видно из рис. 5а и б, семейства сильно отражающих плоскостей (110) и $(1\bar{1}0)$ перпендикулярны друг другу, а размеры интерферометров подобраны так, что удовлетворяются условия отражения 220 и 440. Когда одно из этих семейств приведено в отражающее положение, то для проведения другого семейства в такое же положение необходимо интерферометр повернуть на 90° вокруг оси, перпендикулярной поверхности входа интерферометра.

Таким образом, создаются условия для получения совершенно одинаковых интерференционных картин от двукратных двух- и трехкристального интерферометров.

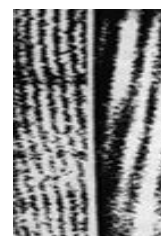
Конечно, это достигается только в том случае, когда блоки интерферометра - почти идеальные кристаллы. Если же блоки интерферометра (или исследуемый кристалл) содержат дефекты, ориентация которых относительно отражающих плоскостей разных семейств двукратного интерферометра разная, то интерференционные картины этих интерферометров будут отличаться, что даст возможность судить о пространственной ориентации дефектов и распределении деформации, вызванной этими дефектами.

На рис. 6а и б; 7а и б; 8а и б показаны соответственно топограммы и интерферограммы, полученные от одного кристалла, двукратных двухкристального и трехкристального интерферометров с отражениями 220 и $2\bar{2}0$.



а) б)

Рис. 6. Топограммы от одного кристалла: а - отражение 220
б - отражение $2\bar{2}0$

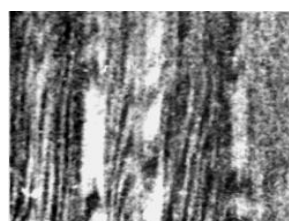


а) б)

Рис. 7. Интерферограммы от двукратного двухкристального интерферометра: а - отражение 220, б - отражение $2\bar{2}0$



а)



б)

Рис. 8. Интерферометрические топограммы отражения 220 и $0\bar{2}2$: а - отражение 220, б - отражение $0\bar{2}2$

Как видно из рис. 6а и б, отражение 220 никаких дефектов не обнаружило (рис. 6а), а отражение $\bar{2}\bar{2}0$ обнаружило сегрегацию (на рис. 6б получены линии сегрегации). Из рис. 7а видно, что отражение 220 в двукратном двухкристальном интерферометре обнаруживает только линии смещения, а отражение $\bar{2}\bar{2}0$ - как линии смещения, так и линии сегрегации. На рис. 7б картина получена в результате интерференционного наложения линий смещения и сегрегации.

В первом кристалле двукратного трехкристального интерферометра оказалась дислокация, поэтому на рис. 8а (отражение 220) видна интерферометрическая муаровая картина поля деформации дислокации, а на рис. 8б (отражение $\bar{2}\bar{2}0$) - картина, полученная в результате когерентного наложения линий сегрегации и муара дислокации.

Таким образом, с помощью одного и того же двукратного интерферометра можно обнаружить и линии сегрегации, и полосы смещения, и муаровые картины различных несовершенств. Следовательно, как показано на рисунках, отражением от плоскостей (110) линии сегрегации не получаются, а от плоскостей $(\bar{1}\bar{1}0)$ - получаются, тем самым, во-первых, дифракционный вектор отражения $\bar{2}\bar{2}0$ параллелен оси роста кристалла, а дифракционный вектор отражения 220 перпендикулярен этой оси; во-вторых, в кристаллах интерферометра в областях сегрегации выделения отсутствуют.

4.3. *Трехкратные двух- и трехкристальный интерферометры.* Для более полного описания дефектной структуры необходимо увеличить кратность интерферометра, т.е. увеличить число семейств отражающих плоскостей, принадлежащих одному и тому же комплексу симметрично эквивалентных плоскостей. Как видно из формулы (7) и рис. 9, угол α между $(\bar{1}\bar{1}0)$ и $(0\bar{1}1)$, а также между $(0\bar{1}1)$ и $(\bar{1}01)$ симметрично эквивалентными плоскостями равен 60° (удобное сочетание для трехкратного интерферометра).

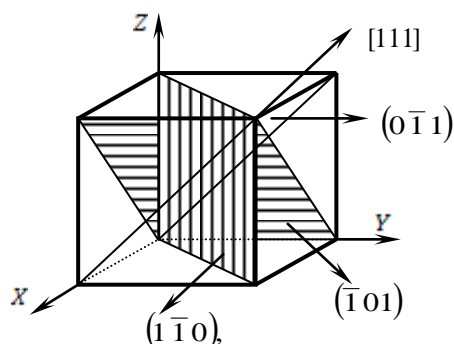
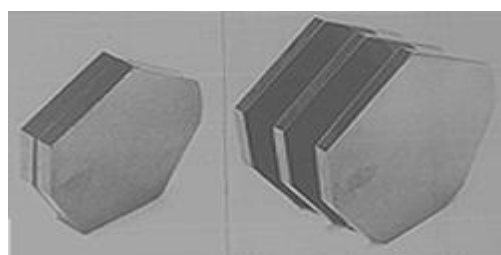


Рис. 9. Ориентация симметрично эквивалентных плоскостей $(\bar{1}\bar{1}0)$, $(\bar{1}01)$, $(0\bar{1}1)$



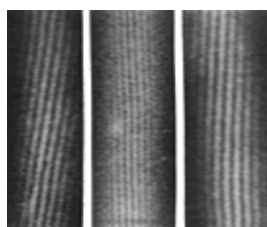
а) б)

Рис. 10. Фотоснимки трехкратных интерферометров: а – двухкристальный, б - трехкристальный

На рис. 10а и б показаны фотоснимки трехкратных двух- и трехкристальных интерферометров с семействами $(1\bar{1}0)$, $(\bar{1}01)$ и $(0\bar{1}1)$.

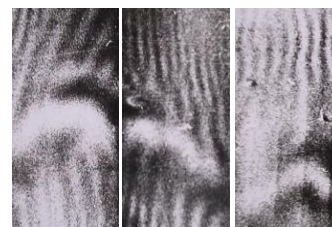
Для увеличения кратности интерферометра рентгеновские излучения направляются под углом Брэгга на одно из трех семейств отражающих плоскостей трехкратного интерферометра, регистрируют дифрагированное излучение, затем поворотом интерферометра получают интерференционную картину от второго и третьего семейств, повторяют регистрацию излучения и сопоставлением полученных картин судят о несовершенстве структуры.

На рис. 11а-в и 12а-в показаны секционные и топографические интерферограммы, полученные соответственно от трехкратного двух- и трехкристального интерферометров отражениями $2\bar{2}0$, $\bar{2}02$ и $0\bar{2}2$ (излучение MoK_α).



а) б) в)

Рис. 11. Секционные интерферограммы от трехкратного двухкристального интерферометра отражениями $2\bar{2}0$ (а), $\bar{2}02$ (б) и $0\bar{2}2$ (в)



а) б) в)

Рис. 12. Топограммы от трехкратного трехкристального интерферометра отражениями $2\bar{2}0$ (а), $\bar{2}02$ (б) и $0\bar{2}2$ (в)

Детальное исследование этих снимков позволяет сделать следующие выводы: кристаллы двухкристального трехкратного интерферометра не содержат дислокаций - на рентгенограммах (см. рис. 11а-в) получены недеформированные (почти идеальные) линии смещения. На этих секционных интерферограммах не получены и линии сегрегации, так как в рассматриваемых случаях отражений

дифракционные векторы не перпендикулярны оси роста кристаллов интерферометра.

Интерферометрические топограммы, приведенные на рис. 12а-в, показывают, что распределения деформаций, вызванных линией дислокации, расположенной в первом кристалле трехкратного трехкристального интерферометра, отличаются друг от друга – они зависят от ориентации семейств симметрично эквивалентных плоскостей относительно линии дислокации. Это является доказательством того, что интерферометрические картины, полученные от одного и того же кристалла с помощью семейств симметрично эквивалентных плоскостей, будут одинаковыми только в том случае, когда кристаллы интерферометра идеальны.

4.4. Применение рентгеновских интерферометров. С учетом того факта, что рентгеновский муар атомных решеток можно получить как трехкристальными, так и кратными интерферометрами [14,15, 19], а также с помощью налагаемых свободных кристаллов [10,11], следует важный вывод о том, что муар является периодической функцией сдвига кристалла с периодом d_{hkl} . Поэтому составные [22] и кратные интерферометры, допускающие большие трансляционные перемещения кристалла [23], открывают еще одну принципиально новую возможность в развитии метрологии в области шкалы 10^{-10} м, а также возможности абсолютных измерений фундаментальных констант [23]. Революционизирующее значение этой возможности трудно переоценить. Она заключается в высокой точности абсолютных измерений длин в той области, где до сих пор эти измерения проводились с помощью светового стандарта, конечная спектральная ширина которого вносила неопределенность в результат.

Если в интерферометре трансляционно смещать кристалл А, подчитывая при этом число периодов интенсивности (каждый полный период изменения интенсивности соответствует сдвигу А на величину d_{hkl}), то можно измерить величину перемещения кристалла А или связанных с ним каких-либо объектов, выразив это перемещение через количество периодов n ; или, наоборот, измерив перемещение кристалла А и подчитав соответствующее количество периодов интенсивности, можно рассчитать достаточно точно абсолютную величину периода решетки d_{hkl} .

Большая чувствительность, которой обладают рентгеновские интерферометры, дает следующие возможности:

1) прецизионное измерение малых дилатационных ($\Delta d/d \sim 10^{-8} \dots 10^{-5}$, где d - межплоскостное расстояние отражающих плоскостей) и ротационных ($\varepsilon \sim 0,01'' \dots 1''$, где ε - угол взаимного поворота кристаллов) нарушений в интерферометрической системе по вызываемым ими так называемым “муаровым картинам” [14 - 16];

2) использование рентгеновского интерферометра в качестве так называемой "ангстремной линейки" [28] и измерение смещений блока-анализатора интерферометра порядка 10^{-11} м по диаграмме трансляционного муара [22];

3) измерение коэффициентов преломления аморфных, кристаллических и жидких материалов в широком частотном интервале рентгеновского излучения [14, 29 - 32];

4) абсолютное определение параметров решетки [1];

5) абсолютное измерение структурных факторов с высокой точностью [33];

6) осуществление контрастной фазовой микроскопии [34];

7) реализация дисперсионной интерферометрии [35];

8) развитие принципов голографии для рентгеновского диапазона длин волн [36];

9) изучение малых структурных нарушений кристаллической решетки, вызванных дефектами [37, 38 - 40] и деформациями различных типов [41];

10) исследование различных динамических эффектов рассеяния рентгеновских лучей (маятниковый эффект, муар, полосы смещения и т.д.) и их зависимости от характера падающей волны и параметров интерферометрической системы;

11) обнаружение и исследование структурных нарушений (искажений) полупроводниковых кристаллов, вызванных внешними воздействиями (в частности, когда полупроводниковый кристалл подвергается действию постоянного электрического или магнитного поля и когда эти поля действуют одновременно);

12) разработка методики исследования структурных искажений и определение плотности точечных дефектов в полупроводниковых кристаллах в зависимости от различных видов облучения;

13) развитие экспериментальных и теоретических исследований интерферометрических изображений дефектов в кристаллических системах, возникающих при ионной имплантации и диффузии [42 - 44].

Именно метод рентгенодифракционного муара и был избран в наших основных исследованиях ввиду его чрезвычайной чувствительности к незначительным нарушениям кристаллических структур.

Выводы. Идея о получении муара при наложении кристаллических пластинок реализовалась не только в области электронной микроскопии, но и в области рентгеновских лучей. Осуществление этой идеи привело к созданию рентгеновских интерферометров, которые нашли широкое применение как при изучении реального строения высокосовершенных кристаллов, так и в метрологии абсолютных значений периодов решетки и установлении новой абсолютной шкалы измерения длин и перемещений в области 10^{-10} м.

Рентгеновские интерферометры могут быть использованы для измерения предельно малых нарушений кристаллической решетки почти совершенных кристаллов. Предельно высокие точности измерений и новые метрологические

возможности позволяют муару занять одно из первых мест в области экспериментальной науки и техники высокоточных измерений.

Литература

1. **Шубников А.В.** // Природа. - 1927. – № 2. – С. 83 - 90.
2. **Шубников А.В.** // Природа. - 1953. – № 1. – С. 20 -32.
3. **Шубников А.В.** // Природа. - 1965. – № 11. – С. 61-67.
4. **Hashimoto N., Uyeda. K.** // Acta Cryst.- 1957.- V.10. – P. 143 – 147.
5. **Bassett G.A., Menter J.W., Pashley D.W.** // Proc. Roy. Soc. - 1958. – A 246.- P. 345.
6. **Slater J. C.** // Rev. of Modern Physics. - 1958.- V.30. – P.197 – 201.
7. **Gevers R.** Dynamical Theory of Moire Fringe Patterns // Phil Mag. - 1962. – V.7.- P. 1681 – 1720.
8. **Hashimoto N., Mannani M., Naiki T.** // Phil. Trans. Roy. Soc.- 1961.- V. A253.- P. 459 – 465.
9. **Kato. N.** A Thoretical Study of pendellosung Frienges. Part 1. General Considerations // Acta Crust. - 1961. – V. 14. – P. 526 – 532.
10. **Мнуасков В.Ф.** // Кристаллография. - 1963.- Т.6.- С. 255- 275.
11. **Lang A.R., Miuscov V.F.** Defects in Natural and Synthetic Quartz // Appl. Phys. Letters. - 1965.- V.7.- P. 214- 219.
12. **Chikawa J.** // Appl. Phys. Letters. - 1965.- V.7. - P. 193- 195.
13. **Aboyan A.O., Bezirganyan P.A., Khzardzhyan A.A.** Study of X – Ray Diffraction Pictures of Crystal Imperfections by Means of a Triple Interferometer // Phys. Stat. Sol. (a). – 1990. - V. 118. - P. 21- 27.
14. **Bonse U., Hart M.** X- Ray Interferometer // Appl. Phys. Letters.- 1965.-V. 6.- P. 155- 156.
15. **Bonse U., Hart M.** Principles and Desingn of Laue Case X- Ray Interferometer // Z. Physik. – 1965.- V.188. – P. 154-164.
16. **Bonse U., Hart M.** Moire Patterns of Atomic Planes Obtained by X- Ray Interferometer // Z. Physik. – 1966.- V.190. – P. 455 - 467.
17. **Hart M.** // Sci. progress. Oxford. – 1968.- V.56. – P. 429 – 435.
18. **Абоян А.О., Хзарджян А.А.** Способ исследования пространственного распределения поля деформации кристаллов кратными интерферометрами // Изв АН АрмССР. Физика. – 1990. – Т. 25. - С. 222 – 227.
19. **Աբոյան Ա.Ն., Աղբալյան Ս.Գ.** Բյուրեղների անկատարությունների հետազոտությունների ռենտգենադիֆրակցիոն տարածաչափական տեղագրություն // Հայաստանի ճարտարագիտական ակադեմիայի Լրաբեր. - 2008.- շ. 5, № 3.- էջ 379-388:
20. **Bonse U., Hart M.** An X – Ray interferometer with Long Separated Interfering Beam Paths // Appl. Phys. Letters.- 1965. - V. 7.- P. 99 - 100.
21. **Աբոյան Ա.Ն., Խզարջյան Ա.Ա.** Եռակի երկբուրեղ և եռաբուրեղ ինտերֆերաչափեր //Հայաստանի պետական ճարտարագիտական համալսարանի (Պոլիտեխնիկ) տարեկան գիտաժողովի նյութերի ժողովածու.- 2005. - շ.1.- էջ 57- 60:
22. **Bonse U., Kaat E.** A Two – Crystal X– Ray Interferometer // Z. Physik. – 1968.- V. 214. – P. 16 - 21.
23. **Hart M.** // J. Phys. Letters. - 1968.- V. 10.- P. 1405 - 1408.
24. **Deslattes P. D.** // Appl. Phys. Letters. - 1969. - V.15.- P. 386 – 392.

25. **Bonse U., Hart M.** An X-Ray Interferometer with Bragg – Case Beam Splitter and Beam Recombination // *Z. Physik.* – 1966.- V.194. – P. 1 - 17.
26. **Bonse U., Hart M.** Combined Laue and Bragg – Case X –Ray Interferometers // *Acta Cryst.* - 1968. – A24. – P. 240-245.
27. **Lang A.R.** The Projection Topograph: a new Method in X – Ray Diffraction Micro-radiography // *Acta Cryst.* – 1959. – V.12. – P. 249 – 250.
28. **Hart M.** An Angstrom Ruler // *Brit. J. Appl. Phys.* – 1968. - V. 1. - P. 1405 – 1408.
29. **Creagh D. C., Hart M.** X - Ray Interferometric Measurements of the Forward Scattering Amplitude for Lithium Fluoride // *Phys. Stat. Sol.* – 1970. - V. 37. - P. 753 -758.
30. **Абоян А.О., Эйрамджян Ф.О., Безирганян П.А.** Рентгеноинтерферометрическое определение показателя преломления некоторых твердых тел для различных характеристических излучений рентгеновского диапазона // *Изв. АН АрмССР.* – 1974. - Т. 9. - С. 193-196.
31. **Абоян А.О.** Определение показателя преломления некоторых органических жидкостей для различных характеристических излучений рентгеновского диапазона // *Изв. АН АрмССР.* – 1978. - Т.13.- С. 319-323.
32. **Дроздовский В. Б., Михайлюк И. П., Раранский Н. Д.** Определение показателей преломления методом рентгеновской интерферометрии // *УФЖ.* - 1972. - Т. 17.- С. 1212 -1214.
33. **Kato N., Tanemura S.** Absolute Measurement of Structure Factor with High Precision // *Phys. Rev. Lett.* - 1967. - V. 19.- P. 22-24.
34. **Ando M., Hosoya S.** // *Proc. 6- th Internat. Conf. of X – Ray Optics and Microanalysis.*- Univ. of Tokyo Press, 1972. - P. 146.
35. **Deslattes R.D.** X - ray Monochromators and Resonators From Single Crystals // *Appl. Phys. Lett.* – 1968.- V. 12. - P. 133 -135.
36. А. с. № 480205. Способ записи рентгеновской коротковолновой голограммы / **П. А. Безирганян, А. М. Егиазарян.** -1982.
37. **Hart M.** A Complete Determination of Dislocation Burgers Vectors by X-Ray Interferometry // *Phyl. Mag.* – 1972. - V. 26.- P. 821 -831.
38. **Christiansen G., Gerward L., Lindegaard Andersen A.** A Study of the Strain Field of Growing Dislocation in a Silicon X – Ray Interferometer // *J. Appl. Cryst.* – 1971. - V. 11.- P. 370 – 375.
39. **Алумян К.В., Багдасарян Р.И., Балян М.К.** Влияние кристаллических искажений на образование и вид маятниковых полос // *Кристаллография. I.* – 1983. - Т. 28.- С. 1025-1026.
40. **Алумян К.В., Багдасарян Р.И., Балян М.К.** Влияние кристаллических искажений на образование и вид маятниковых полос // *Кристаллография. II.* – 1983. - Т. 28. - С. 1027- 1028.
41. **Багдасарян Р.И., Балян М.К., Эйрамджян Ф.О.** Применение рентгеновского муара для исследования механических напряжений вокруг дефектов в монокристаллах // *Известия вузов. Физика.* – 1984. - № 4. - С. 8- 12.
42. **Абоян А.О., Дрмеян Г.Р.** Рентгеноинтерферометрическое исследование структурных искажений, возникающих в полупроводниковых кристаллах под действием постоянных электрических и магнитных полей // *Вестник Инженерной академии Армении.*- 2009 – Т.6, №2. - С. 269-277.
43. **Aboyan A.O., Aghbalyan S. G.** Structural distortions of semiconducting silicon crystals caused by constant electric field // *Cryst. Rech. Technol.* - 2010.- V. 45, № 2. - P. 140-144.

44. **Aboyan A.O.** The experimental and theoretical investigations of the deformation fields originating in the Analyzer - crystal of the X-ray Interferometer subjected to the Implantation with Low - energy ions // Proceedings of Engineering Academy of Armenia. - 2010.- V.7, №3. - P. 503-508.

*Поступила в редакцию 20.06.2014.
Принята к опубликованию 02.04.2015.*

**ԲՅՈՒՐԵՂԱԿԱՆ ՑԱՆՑԵՐԻ ՌԵՏԳԵՆՑԱՆ ՄՈՒԱՐԻ ԱՌԱՋԱՑՈՒՄԸ:
ՌԵՏԳԵՆՑԱՆ ԻՆՏԵՐՖԵՐԱԶԱՓՆԵՐ**

Ա.Ն. Աբոյան, Ս.Գ. Աղբալյան

Շարադրված են բյուրեղական համակարգերում արագ էլեկտրոնների կամ ռենտգենյան ճառագայթների հաջորդական դիֆրակցիայի դեպքում առաջացող մուարի պատկերների կազմավորման մասին ժամանակակից պատկերացումները: Կատարվել են բյուրեղների անկատարությունների տարածաչափական հետազոտություններ՝ բազմապատիկ ինտերֆերաչափների կիրառմամբ: Ցույց են տրված բյուրեղների անկատարությունների սովորական ռենտգենադիֆրակցիոն և ռենտգենաինտերֆերաչափական մեթոդներով հետազոտման թերությունները: Առաջարկված է միաբյուրեղներում արատների հայտնաբերման տարածաչափական տեղագրության կատարյալ մեթոդ: Փորձարարական ճանապարհով ցույց է տրված, որ բազմապատիկ ինտերֆերաչափներով կարելի է հայտնաբերել և՛ սեգրեգացիայի գծերը, և՛ շեղման գծերը, և՛ տարբեր անկատարությունների մուարի պատկերները:

Առանցքային բաներ. ռոտացիոն, դիլատացիոն և խառը ռենտգենյան մուարներ, երկբյուրեղ և եռաբյուրեղ երկակի ինտերֆերաչափներ, սեգրեգացիայի գծեր, շեղման գծեր:

**FORMATION OF THE X – RAY MOIRE OF CRYSTAL LATTICES.
X – RAY INTERFEROMETERS**

A.O. Aboyan, S.G. Aghbalyan

Modern views on the conditions of forming moire patterns arising at sequential diffraction of fast electrons or x – rays in crystal systems are introduced. Stereometric investigations of the crystal imperfections by applying multiple interferometers are carried out. The disadvantages of the ordinary x – ray diffraction and the x – ray interferometric investigation methods of the crystal imperfections are shown. A perfect method of stereometric topography for the revelation of the monocrystal defects is proposed. It is shown experimentally that by means of double and triple interferometers, it is possible to detect the segregation lines, the displacement lines and the moire patterns of different types of imperfections.

Keywords: rotation, dilatational and mixed x – ray moires, double two – and three – crystal interferometers, segregation lines, shift lines.