

## РЕНТГЕНОИНТЕРФЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛЕЙ ДЕФОРМАЦИЙ В КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Г.Р. Дрмеян

*Гюмрийский государственный педагогический институт (ГГПИ)*

Методом рентгенодифракционного муара проведены экспериментальные и теоретические исследования полей деформаций, возникающих в одной из работающих частей блоков кремниевого рентгеновского интерферометра, подвергнутых механическому воздействию, в зависимости от плотности дислокаций. Предложен рентгеноинтерферометрический метод, который позволяет точно определить не только модуль упругости, но и его компоненты для деформированных областей кристалла, вызванных дислокацией, зарождаемых под воздействием внешней силы. Показано, что для кристалла, содержащего дислокации, значение модуля упругости уменьшается. Исследовано перераспределение напряжений, возникающих на участке блока интерферометра при изменении плотности дислокации.

**Ключевые слова:** рентгеноинтерферометрический метод, структурные искажения, плотность дислокации, модуль упругости.

**Введение.** Создание различных вариантов рентгеновских интерферометров и расшифровка полученных интерференционных (муаровых) картин позволили решить ряд актуальных задач, в частности, исследовать структурные дефекты в монокристаллах. Преимущество интерферометрического метода заключается в том, что на рентгеновской муаровой картине отображаются не только структурные дефекты, но и их поля напряжений вдали от дефектов.

Так как рентгеновская муаровая картина является совокупностью изофазовых линий и обусловлена установившимися структурными нарушениями в блоках интерферометра, то при внесении в один из блоков интерферометра дефекта определенного типа (например, дислокации) поле механических напряжений, возникающее вокруг данного дефекта, приведет к перераспределению фаз (появится неоднородный фазовый сдвиг между наложенными волнами на входной поверхности анализатора), а следовательно, и к изменению муаровой картины. Изменение муаровой картины включает в себе информацию о механических напряжениях. Указанное имеет место и тогда, когда в кристалле имеются дефекты или дислокации, зарождаемые под воздействием механических повреждений, например, царапина, нанесенная на поверхность кристаллической пластинки.

Вопросы влияния механических напряжений на рентгеноинтерференционную картину изучались в работах [1-3], где с помощью муаровых картин

исследованы поля напряжений в монокристаллах, содержащих дислокации, рассчитан модуль упругости кремния. Однако в этих работах применяются традиционные методы определения упругих постоянных кристаллов. Следует отметить, что с помощью этих методов вычисляется только эффективный динамический модуль упругости (усредненный модуль по всему кристаллу). Поэтому дальнейшее более детальное рентгеноинтерферометрическое исследование структурных несовершенств кристаллов, вызванных различными внешними воздействиями, вообще, и изучение поперечных деформаций, вызванных механическими напряжениями, в частности, являются актуальной задачей физики твердого тела, чему и посвящена настоящая работа. Практическая значимость таких исследований в том, что изучение и контроль дефектных структур имеют важное значение для производства материалов электроники и полупроводниковых приборов.

Нами предложен новый рентгеноинтерферометрический метод, который позволяет точно определить не только модуль упругости, но и его компоненты для деформированных областей кристалла (блок интерферометра), вызванных дислокацией, зародившейся под воздействием внешней силы [4,5], т.е. ее локальные значения для тех областей кристалла, от которых образуются муаровые полосы.

**Теоретический анализ.** Известно [6,7], что для кристалла, содержащего дислокации, значение модуля упругости  $E$  уменьшается. Эффект уменьшения модуля упругости кристаллов, содержащих дислокации, объясняется следующим образом: под действием небольших напряжений дислокационный отрезок длиной  $\Delta\ell$  перемещается на малое расстояние  $L$  [8]. Из-за такого малого перемещения возникает дополнительная относительная деформация. Эта деформация обусловлена только дислокационной деформацией. Следовательно, внешнее механическое напряжение приводит к некоторому перемещению дислокации, что вносит, помимо чисто упругой деформации, дислокационный вклад в деформацию кристалла. Поэтому вычисленные из описанных экспериментов значения деформации состоят из упругой ( $\varepsilon_0$ ) и дислокационной ( $\varepsilon_d$ ) частей, т.е.

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_d . \quad (1)$$

Наличие дополнительной деформации приводит к уменьшению значения  $E$  после зарождения дислокаций в кристалле. Изменения  $\varepsilon$ , а следовательно и  $E$ , вызванные дислокационной деформацией, зависят от плотности дислокаций. Это, в свою очередь, означает, что в выражении (1)  $\varepsilon_d \sim \rho$ , или  $\varepsilon_d = G\rho$ , где  $\rho$  - плотность дислокации;  $G$  - коэффициент, характеризующий приращение  $\rho$  вдоль плоскостей скольжения. Исходя из вышеизложенного,  $G = \Delta\ell bL$ , где  $b$  - модуль вектора Бюргера дислокаций;  $L$  - средняя длина свободного пробега дислокации в кристалле;  $\Delta\ell$  - длина дислокационной петли.

Таким образом, дислокационная относительная деформация определяется выражением

$$\varepsilon_d = G\rho = \Delta\ell bL\rho. \quad (2)$$

Подставляя (2) в (1), получим

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \Delta\ell bL\rho. \quad (3)$$

В работе [9] нами получены выражения для компонент деформации и поперечных напряжений:

$$\varepsilon_x = \frac{2\beta D}{t_0} \left[ \frac{1}{1-\nu_x} - \frac{\nu_x}{1-\nu_y} \right], \quad (4)$$

$$\varepsilon_y = \frac{2\beta D}{t_0} \left[ \frac{1}{1-\nu_y} - \frac{\nu_y}{1-\nu_x} \right], \quad (5)$$

$$\sigma_x = \frac{E_x t_0}{2(1-\nu_x) \left[ \frac{1}{1-\nu_x} - \frac{\nu_x}{1-\nu_y} \right]} \varepsilon_x, \quad (6)$$

$$\sigma_y = \frac{E_y t_0}{2(1-\nu_y) \left[ \frac{1}{1-\nu_y} - \frac{\nu_y}{1-\nu_x} \right]} \varepsilon_y, \quad (7)$$

где  $D$  – доза облучения;  $\beta$  – решеточный коэффициент расширения;  $E_x$  и  $E_y$  – компоненты модуля Юнга;  $\nu_x$  и  $\nu_y$  – коэффициенты Пуассона для направлений  $x$  и  $y$  соответственно;  $t_0$  – толщина кристалла (блока интерферометра);  $\sigma_z = 0$ , так как предполагается отсутствие объемного напряжения.

В данной работе для определения напряжений и относительных деформаций, возникающих в блоке кремниевого рентгеновского интерферометра, подвергнутого воздействию внешней силы, мы заменили  $\beta D$  на  $G\rho$ . Тогда, подставляя  $G\rho$  вместо  $\beta D$  в (4) и (6) и учитывая (3), получим

$$\varepsilon_x = 2(\varepsilon_0 + \Delta\ell bL) \frac{\rho}{t_0} \left[ \frac{1}{1-\nu_x} - \frac{\nu_x}{1-\nu_y} \right], \quad (8)$$

$$\sigma_x = (\varepsilon_0 + \Delta\ell bL) \frac{E \cdot \rho}{1-\nu_x}. \quad (9)$$

Принимая во внимание, что  $\varepsilon_x = \left| \frac{\Delta d_x}{d_1} \right| = \frac{d_{01}}{\Lambda_{D1}}$ , где  $d_{01}$  – постоянная решетки в направлении  $[1\bar{1}0]$  до внесения дислокации;  $d_1$  – та же постоянная после внесения дислокации;  $\Delta d_x$  – абсолютное изменение периода отражающих

плоскостей по направлению X;  $\Lambda_{D1}$  – период полос параллельного (дилатационного) муара для отражений  $2\bar{2}0$ , из (8) получим

$$\left| \frac{\Delta d_x}{d_1} \right| = \frac{d_{01}}{\Lambda_{D1}} = 2(\varepsilon_0 + \Delta \ell b L) \frac{\rho}{t_0} \left[ \frac{1}{1-\nu_x} - \frac{\nu_x}{1-\nu_y} \right], \quad (10)$$

Так как  $\left| \frac{\Delta d}{d} \right| = \frac{\sigma}{E} = \frac{d_{01}}{\Lambda_D}$ , то  $\left| \frac{\Delta d_x}{d_1} \right| = \frac{\sigma_x}{E_x}$ , следовательно, из (10) получим

$$\frac{\sigma_x}{E_x} = (\varepsilon_0 + \Delta \ell b L) \frac{\rho}{1-\nu_x} = \frac{d_{01}}{\Lambda_{D1}}, \quad (11)$$

откуда

$$\Lambda_{D1} = \frac{d_{01}(1-\nu_x)}{\rho(\varepsilon_0 + \Delta \ell b L)}. \quad (12)$$

Как видно из (11), период дилатационной муаровой картины обратно пропорционален плотности дислокации.

**Экспериментальная часть.** С целью определения компонентов напряжений и относительных деформаций, вызванных механическими напряжениями, из высокосовершенного монокристалла кремния был изготовлен трехкристальный интерферометр (рис. 1).

Кремниевые слитки, из которых надлежало изготовить кристаллические системы, выбирались путем дополнительного исследования на наличие дислокаций. В результате интерферометр был изготовлен из такого слитка кремния, от пластин которого на топограммах не наблюдались дислокационные петли. Затем вводились 60 - градусные дислокации в зеркальном блоке трехкристального интерферометра. Источником для генерации дислокаций служила царапина, нанесенная на поверхность кристаллического блока. После нанесения царапины кристаллический блок интерферометра подвергался механическому нагружению, что осуществлялось при температуре 600...700<sup>0</sup>С четырехточечным изгибом.

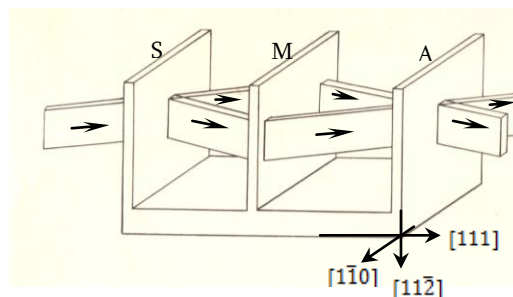


Рис. 1. Трехкристальный интерферометр с выбранной кристаллографической ориентацией

Вначале (до внесения дислокации) снимались муаровые топограммы от интерферометра. Исходный муар (рис. 2а) показывает, что в блоках интерферометра искажения кристаллической решетки очень малы, поэтому на рентгенограмме наблюдается только несколько муаровых линий. После нагружения снималась топограмма от кристаллического блока интерферометра. С помощью металлографического микроскопа была не только зафиксирована группа дислокаций, выстроенная вдоль царапины, но и определена протяженность группы.

С целью исследования влияния полей напряжений 60-градусных дислокаций, внесенных в блок интерферометра, на муаровых картинах снималась муаровая топограмма от интерферометра (рис. 2б). Из этой топограммы видно, что поле механических напряжений, генерированных дислокацией, сильно изменило муаровую картину.

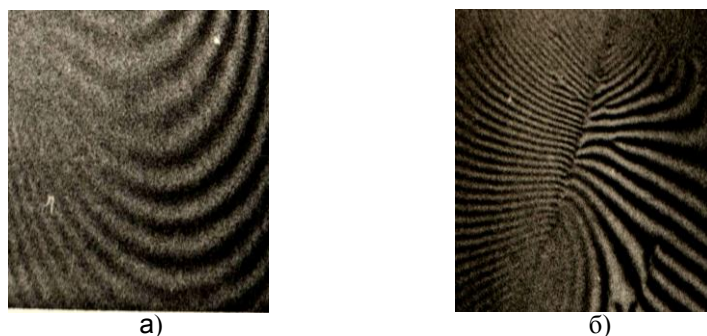


Рис. 2. Исходная муаровая топограмма (а) до внесения дислокаций (хб) и муаровая топограмма (б) после внесения дислокаций (хб)

**Обсуждение результатов.** После зарождения дислокации в блоке интерферометра с помощью металлографического микроскопа определялась средняя плотность дислокации. Так, в центре царапины плотность дислокации приблизительно равна  $(1,1 \dots 1,4) \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ , при удалении от центра на расстоянии 2 мм -  $(2,1 \dots 2,4) \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ , а на расстоянии 4 мм -  $\rho \sim 5,6 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$ .

Далее по измеренным значениям периодов муаровых картин вычислялись компоненты относительных деформаций до приложения механического напряжения и после создания в кристаллическом блоке интерферометра напряженного поля (для кристаллов, содержащих дислокации).

Таким образом, имеем:  $\Delta d_1 = \frac{d_{01}^2}{\Lambda_{D1}}$ ;  $\Delta d_2 = \frac{d_{01}^2}{\Lambda_{D2}}$ , следовательно,

$\varepsilon_{x1} = \frac{\Delta d_1}{d_{01}}$  и  $\varepsilon_{x2} = \frac{\Delta d_2}{d_{01}}$ , где  $\Lambda_{D1}$  и  $\Lambda_{D2}$  - периоды полос параллельного (дилатационного) муара при отсутствии и наличии дислокаций в блоке

интерферометра соответственно;  $\Delta d_1$  и  $\Delta d_2$  - абсолютные изменения периодов отражающих плоскостей при отсутствии и наличии дислокаций.

С помощью выражения (2) для вычисления относительной дислокационной деформации сначала оценивался параметр  $G$  с учетом того, что  $G = \Delta \ell b L$ , где  $L$  - константа, подлежащая определению. Так, сравнение теоретических кривых упрочнения с опытными позволяет определить величину  $L$ , которая оказывается порядка  $10^{-4}$  см [6]. Так как модуль вектора Бюргера дислокации равен  $b = 2d_{(2\bar{2}0)}$ , а  $d_{(2\bar{2}0)} = 1,92 \text{ \AA}$  (для кремния), то  $b = 3,84 \text{ \AA}$ ,  $\Delta \ell \approx 1 \text{ см}$  (из эксперимента). После оценки коэффициента  $G$  с помощью выражений (2) и (3) вычислялись  $\varepsilon_d$  и  $\varepsilon$  соответственно.

Далее с помощью выражения (8) вычислялись компоненты относительных деформаций, статический модуль упругости и поперечные напряжения при значениях средней плотности дислокации ( $1,25 \cdot 10^6$ ;  $2,25 \cdot 10^4$ ;  $4,02 \cdot 10^3$ ;  $5,61 \cdot 10^2$ )  $\text{см}^{-2}$ , учитывая, что  $\nu_x = \nu_{[1\bar{1}0]} = 0,262$  (для кремния), так как ось  $X$  в нашем случае параллельна направлению  $[\bar{1}10]$ .

Результаты приведены в таблице.

Таблица

$x(\text{мм})$	$\rho(\text{см}^{-2})$	$\varepsilon_0 = \left  \frac{\Delta d}{d_{01}} \right $	$\varepsilon_d = G\rho$	$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_d$	$E(\text{Па})$	$\sigma(\text{Па})$
0,0	$1,25 \cdot 10^6$	$3,81 \cdot 10^{-7}$	$2,63 \cdot 10^{-6}$	$4,073 \cdot 10^{-7}$	$13,92 \cdot 10^{10}$	$5,3 \cdot 10^3$
0,2	$2,25 \cdot 10^4$	$3,53 \cdot 10^{-7}$	$0,47 \cdot 10^{-8}$	$3,577 \cdot 10^{-7}$	$14,41 \cdot 10^{10}$	$5,1 \cdot 10^3$
0,3	$4,02 \cdot 10^3$	$3,18 \cdot 10^{-7}$	$0,084 \cdot 10^{-9}$	$3,1801 \cdot 10^{-7}$	$14,91 \cdot 10^{10}$	$4,7 \cdot 10^3$
0,4	$5,61 \cdot 10^2$	$2,81 \cdot 10^{-7}$	$0,012 \cdot 10^{-10}$	$2,8102 \cdot 10^{-7}$	$16,12 \cdot 10^{10}$	$4,5 \cdot 10^3$
0,6	49	$0,92 \cdot 10^{-7}$	$0,008 \cdot 10^{-10}$	$0,920008 \cdot 10^{-7}$	$16,79 \cdot 10^{10}$	$3,40 \cdot 10^3$

Из таблицы видно, что среднее значение  $E$  составляет  $\bar{E} = 15,23 \times 10^{10} \text{ Па}$ , которое значительно отличается от теоретического значения. Этот факт доказывает, что традиционные рентгеноинтерферометрические методы определения упругих постоянных кристаллов дают их усредненные значения по всему кристаллу.

### **Выводы**

1. Примененные нами рентгеноинтерферометрические методы позволяют определить распределение модуля упругости в реальных кристаллах.

2. Показано, что для кристалла, содержащего дислокации, значение модуля упругости уменьшается. При этом чем больше плотность дислокации, тем больше уменьшается модуль упругости.

3. Метод рентгенодифракционного муара является довольно тонким и точным способом определения количественных характеристик структурных нарушений совершенных кристаллов, обусловленных различными внешними воздействиями на кристалл.

4. Приведенная нами схема эксперимента, т.е. наблюдение муаровых полос на топограмме, позволяет четко подтвердить тот факт, что поля напряжений можно визуализировать муаровыми картинками рентгеновских лучей.

### **Литература**

1. **Christiansen G., Gerward L., Lindegaard Andersen A.** A Study of the Strain Field of Grown-in Dislocations in a Silicon X-Ray Interferometer // J. Appl. Cryst.- 1971.- V. 11. - P. 370 - 375.
2. **Дрмеян Г.Р., Эйрамджян Ф.О.** Экспериментальное исследование рентгеновских интерференционных картин // Известия АН АрмССР. Физика.- 1979.- Т. XIV, вып. 1. - С. 54 - 60.
3. **Эйрамджян Т.О., Алумян К.В., Белубекян Э.В.** Применение рентгеноинтерферометрических методов для исследования полей напряжений в монокристаллах, содержащих дислокации // Известия ЕГУАС.- 2007.- №1.- С. 65-66.
4. **Drmeyan H.R.** Study of Deformation Fields as a Function of the Temperature Gradient in the Mirror Block of an Interferometer // Crystallography Reports.- 2005.-V.50, № 3.- P. 363-366.
5. **Дрмеян Г.Р., Абоян А.О., Эйрамджян Ф.О.** Рентгеноинтерферометрическое исследование полей деформаций в ионноимплантированных кристаллах кремния // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. - 2011.- № 2.- С. 57- 60.
6. **Жданов Г.С.** Физика твердого тела. – М.: Изд-во Моск. ун – та, 1962.- 451 с.
7. **Павлов П.В., Хохлов А.Ф.** Физика твердого тела. - М.: Высшая школа, 1999.- 491 с.
8. **Котрелл А.Г.** // УФН. Теория дислокаций в кристаллах. - 1952. -Т. 46. - С. 179- 184.
9. **Дрмеян Г.Р.** Рентгеновское исследование поверхностных слоев кристаллов, имплантированных ионами аргона // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. - 2005. - № 5. - С. 65 - 69.

*Поступила в редакцию 27.10.2014.  
Принята к опубликованию 02.04.2015.*

**ԲՅՈՒՐԵՂԱՅԻՆ ՆՅՈՒԹԵՐՈՒՄ ԴԵՖՈՐՄԱՑԻՈՆ ԴԱՇՏԵՐԻ  
ՌԵՆՏԳԵՆԱԻՆՏԵՐՖԵՐԱԶՄՓՄԱՆ ՀԵՏԱԳՈՏՈՒԹՅՈՒՆ**

**Հ.Ռ. Դրմեյան**

Ներկայացված են ռենտգենադիֆրակցիոն մուարի մեթոդով սիլիցիումի միաբյուրեղից պատրաստված ռենտգենյան ինտերֆերաչափի բլոկների մեխանիկական ներգործության ենթարկվելու պատճառով առաջացած դեֆորմացիոն դաշտերի լարումների դիսլոկացիաների խտությունից ունեցած կախվածության փորձարարական և տեսական հետազոտությունների արդյունքները: Առաջարկված է ռենտգենաինտերֆերաչափական մեթոդ, որը թույլ է տալիս ճշգրիտ որոշել ոչ միայն առաձգականության մոդուլը, այլև նրա բաղադրիչները՝ արտաքին ուժերի ազդեցության տակ ծագած դիսլոկացիաների բյուրեղում առաջացրած դեֆորմացված տիրույթների համար: Ցույց է տրված, որ դիսլոկացիաներ պարունակող բյուրեղի համար առաձգականության մոդուլի արժեքը փոքրանում է: Հետազոտված է նաև ինտերֆերաչափի բլոկի ներգործության ենթարկված տեղամասի լարումների վերաբաշխումը դիսլոկացիաների խտության փոփոխման ժամանակ:

**Առանցքային բառեր.** ռենտգենաինտերֆերաչափական մեթոդ, կառուցվածքային աղավաղումներ, դիսլոկացիայի խտություն, առաձգականության մոդուլ:

**X-RAY INTERFEROMETRIC INVESTIGATION OF THE FIELD DEFORMATION  
IN CRYSTAL MATERIALS**

**H.R. Drmeyan**

Experimental and theoretical investigations by the method of x-ray diffraction moire patterns of the deformation fields arising in one of the working parts of the silicon x-ray interferometer blocks subjected to the mechanical impact depending on the dislocation density are carried out. An x-ray interferometric method allowing to accurately determine not only the elasticity modulus, but also its components for the deformed areas of the crystal caused by dislocation generated under the influence of an external force is proposed. It is shown that for a crystal containing dislocations, the value of the elasticity modulus decreases. The redistribution of stresses arising in this part of the interferometer block when changing the dislocation density is also investigated.

**Keywords:** x-ray interferometric method, structural deformation, dislocation density, modulus of elasticity.