

國外测试新技术

(晶体中缺陷的X射线貌相术观察)

中国科学院上海冶金研究所 X 射线实验室译

上海科学技术情报研究所

毛主席语录

中国人民有志气,有能力,一定要在不远的将来,赶上和超过世界先进水平。

外国一切好的经验、好的技术,都要吸收过来,为我所用。

国外测试新技术

(晶体中缺陷的 X 射线貌相术观察)

中国科学院上海冶金研究所 X 射线实验室译

*

上海科学技术情报研究所出版

新华书店上海发行所发行

上海商务印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 1/16 印张: 12 字数: 300,000

1974 年 10 月第 1 版 1974 年 10 月第 1 次印刷

印数: 1—4,200

代号: 151634·211 定价: 1.50 元

(只限国内发行)

目 录

前 言	1
X 射线貌相术在半导体晶体和器件研究上的应用	4
使用由弯曲晶体造成单色发散线束的 X 射线衍射貌相术的新方法	57
利用平行 X 射线束改善晶体莫尔条纹的可见度	63
扫描 X 射线貌相术的反馈控制方案	71
Lang 貌相术的电-机械反馈控制	78
X 射线像的电视显示 I. X 射线貌相图	80
无位错硅中的空位团	94
半导体器件工艺中的硅材料问题	97
用 X 射线貌相术作工艺进程中硅内结构缺陷的测量	123
磷进入硅中的反常扩散	135
外延生长 GaAs 中的位错和界面上的面缺陷	144
外延磁泡畴柘榴石的 X 射线双晶貌相术	151
X 射线貌相术在研究磁畴中的应用	158
铌酸锂单晶的 X 射线貌相研究	169
铝中位错的形成和运动的 X 射线貌相术研究	177
人造石英中位错的 X 射线貌相研究	182

前言

在三十年代初期, Berg 首先利用 X 射线衍射显微方法观察了晶体材料的微观结构缺陷, 以后又经过许多人的研究, 这门 X 射线衍射貌相学 (X-Ray Diffraction Topography, 或简称 X 射线貌相学或 X 射线貌相术) 发展到现在已有四十多年的历史。但在前二十余年中, 单晶材料在生产实践中很少应用, 大量应用的多晶材料和某些单晶材料中晶体缺陷的密度都很高, 用当时的 X 射线貌相技术还难以很好地分辨, 因此这门学科和技术长期没有受到足够的重视。五十年代以后, 由于半导体、激光等方面的科研和生产有了高速度的发展, 在这些方面都需要用较完整的单晶材料直接制成器件, 在实践中发现这些材料和器件中晶体缺陷的种类(包括位错、层错、小角度晶界、杂质分凝、沉淀、应力场等)、数量和分布对于它们的功能有很大影响。为了观察这些缺陷的存在和组态, 又先后发展了一系列其他实验方法, 如金相腐蚀坑法、缀饰法、光学干涉法、以及透射和扫描电子显微镜方法等。这些方法有的只能观察处在表面上或在表面上露头的缺陷, 有的虽能观察内部缺陷, 但却需要破坏样品。薄膜透射电子显微镜虽有极高的分辨能力和放大倍数, 但制备试样甚为费事, 且需破坏样品。而且制成薄膜试样后,

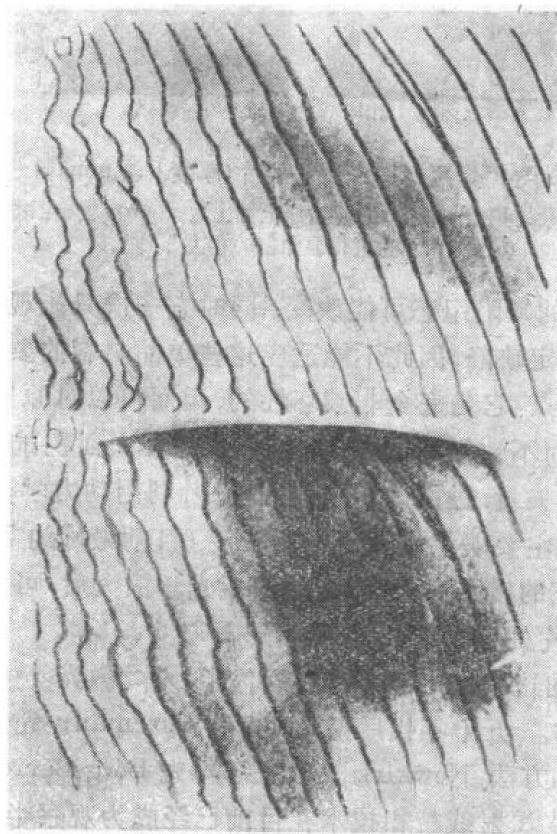


图1 厚度为 0.5 mm 硅片的 X 射线貌相图, (220) 反射, $\text{MoK}\alpha$ 辐射, 显示柏格斯矢量为 $1/2[110]$ 的静止位错。

(a) 用依尔福 L-4 核子底板记录的扫描貌相图。 (b) 同一面积的电视像。
(图 1、2 中照片根据日本理学电机公司产品目录复制)

31728

• 1 •

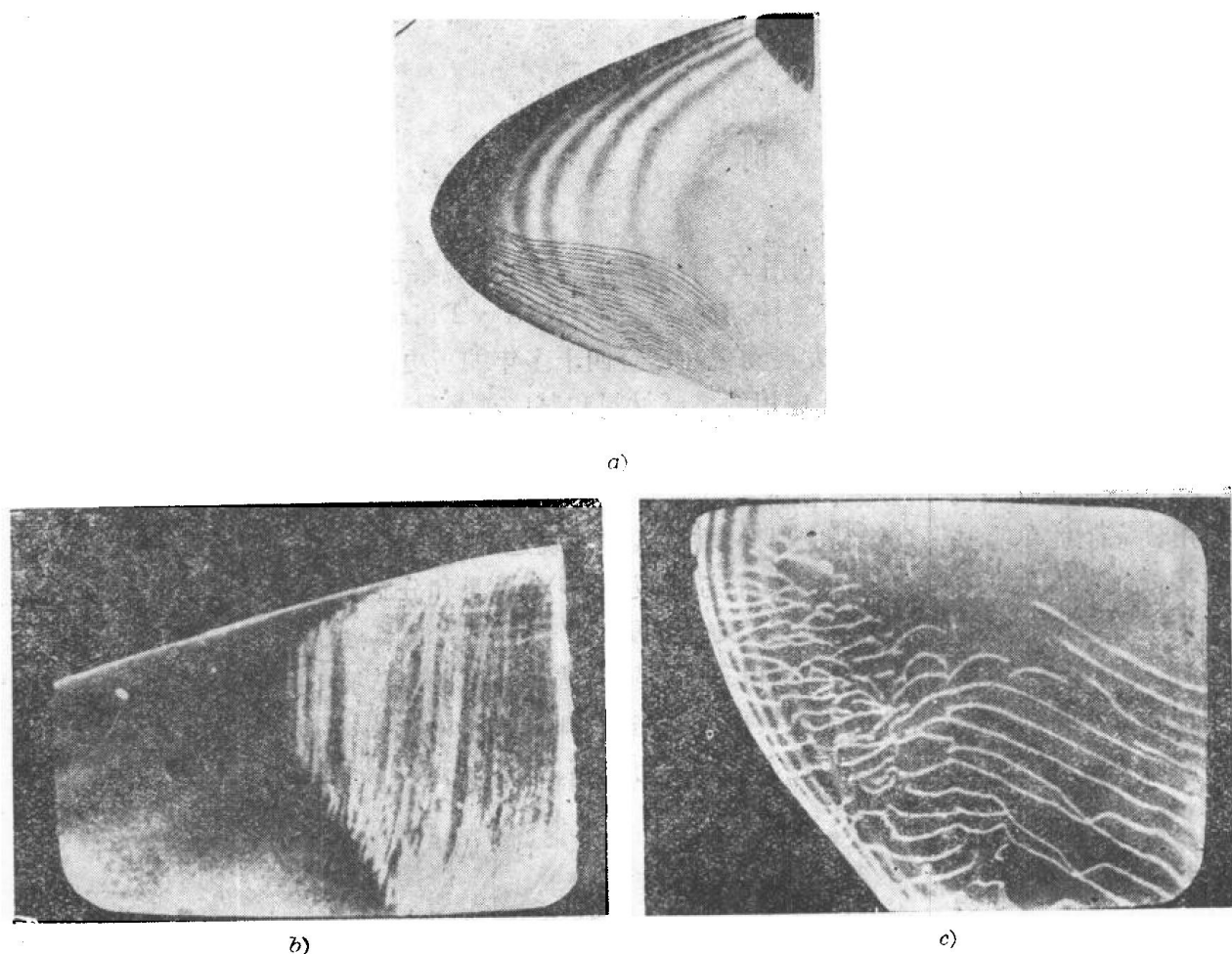


图2 用光导摄像照相机拍摄的硅片(厚度 0.5 mm)貌相图。

(a) 用依尔福 L-4 核子底板记录的扫描貌相图(由监控器上拍出)。 (b) 貌相图的电视显像[(a)中右上角]。
(c) 貌相图的电视显像[(a)中左下角]。

由于表面效应,晶体中原有的缺陷组态可能改变;同时它一次只能观察到试样中很小的部位,不易发现较完整晶体中的一定缺陷,因此不能适应这些单晶材料的要求。反之,X射线衍射貌相方法却具有若干突出的优点:它是完全非破坏性的,因而可以对原始晶片材料以及工艺进程中的每一步骤后进行观察,而不致损坏试样;它能一次记录大面积试样中的全部缺陷;它能非常明确地定出位错的柏格斯矢量,进而确定位错的类型,利用动力学衍射效应还可以测定位错和应变的向指,等等。它的主要缺点是分辨本领较差(目前最好约5个微米);通常只能拍摄1:1的貌相图(使用高分辨率的核子底板,经过将底板光学放大后,可以使像放大到约500倍);以及照相曝光时间较长、照片处理手续较繁等。

由于X射线貌相技术的这些优点能够适应近代半导体、激光等生产、科技的需要,使这门学科和技术得到了新的动力。五十年代后期 Lang 和 Borrmann 先后提出了透射扫描貌相术和异常透射貌相术的原理和方法,Newkirk 又改进了早先 Berg-Barrett 的反射貌相技术,再经过大量的实践和发展,使得X射线貌相技术在目前已经成为观察半导体、激光等较完整晶体中微观结构缺陷的重要方法之一,而新的改进还在不断地出现。为了克服X射线貌相照相时曝光及处理时间长的缺点,当前的趋势是采用高功率的X射线源,并将衍射像强度通过一定的光敏材料转换成可见光或电子,经过增强器的放大,再通过扫描电子束的引导,获得电讯号,

输送到同步扫描的电视系统,使 X 射线貌相图能直接(或放大、缩小后)在电视屏上显示出来。这样,它就能在工业生产中作为现场检验的工具。例如,最近有人用 60 kW 的高功率旋转靶 X 射线源和一整套光导摄像、监控、及电视显像系统,将晶体的 X 射线貌相图直接显示在电视屏上,其分辨率及清晰度已经很接近于用高分辨率核子底板所摄得照相的水平(参见图 1、2)。

我国人民在伟大领袖毛主席的革命路线指引下,自力更生、奋发图强,努力赶超世界先进科学技术水平。近年来,半导体等材料和器件的生产和科研都有飞速的发展。对于这些单晶材料和器件的质量提出了愈来愈高的要求,因而晶体中缺陷的非破坏性观察技术也受到了极大的重视。为了配合这方面的要求,《物理译丛》(“固体物理、光学及其他”1964 年第 9 期,1965 年第 1、8 期)曾经选译过一些有关文章;目前结合这门学科的发展趋势,我们又选译了国外有关较新的,并有代表性的论文,提供我国有关人员参考,以便吸取其中对我们有益的经验,做到洋为中用。

本译文集中搜集了一篇综合性评论文章“X 射线貌相术在半导体晶体和器件中的应用”,它系统地叙述了有关这门学科、技术的原理和方法,以及它们在各类晶体缺陷观察方面的应用。这篇论文的结尾附有一份相当详细的文献目录,包括了 1970 年以前有关这一方面的许多重要文献来源,是进行这项工作时很方便的参考资料。其中五篇文章是对 X 射线貌相术新方法、新技术装备的补充,也包括了对电视显像技术的介绍。最后的十篇文章分别介绍了 X 射线貌相术在半导体材料、器件以及其他晶体材料中的应用。

由于我们的政治和业务水平都不高,在选材、译文等方面难免存在许多错误,衷心地希望同志们批评指正,以便使未来的工作做得更好一些。

中国科学院上海冶金研究所 X 射线实验室

1973 年 8 月

X射线貌相技术在半导体晶体和器件研究上的应用

E. S. Meieran

引言

因为像位错和沉淀那样的结构缺陷能够对半导体晶体和器件的电学以及力学性质起到重要的影响,故人们已广泛地研究了它们的来源和特性对于晶体生长和器件制作步骤的关系。在能够用来进行这种研究的许多方法中,X射线貌相技术是特别适宜的,因为它们是非破坏性的;晶体本底缺陷密度一般是足够的低,因而不会掩盖由于制作而诱生的缺陷的观察;以及就起作用的器件区域与貌相像的分辨率来相比一般是大的。

虽然这种几个微米的分辨率与其他成像技术(如透射或复型电子显微镜术)相比是低的,但对于直径大于75 mm,厚度为1mm,包含着成百上千个单个器件的整块半导体晶片,能用一次曝光而记录下它的貌相图。而且,已有多种多样的X射线貌相技术容许人们研究缺陷晶体的许多性质。例如,一片包含由扩散制成的晶体管的晶片能够用通常的扫描貌相术来检查,以测定整体的缺陷水平;用反射貌相术来测定由于制作步骤(诸如扩散)而造成的表面应变;如果晶片本身是弯曲的,则采用回摆技术;用截面貌相术或双晶光谱仪来测定柏格斯矢量或应变矢量的向指;用特殊的底片技术来消除像的畸变;以及用立体貌相术或限制投影貌相术来测定三维缺陷的组态。所有这些都能在同一块晶片上进行,常常还是在同一个X射线相机上进行,故不会冒由于操作而无意中引进缺陷的危险。

已经发表过许多文章,涉及到把X射线貌相技术应用于半导体研究的各个不同的方面。其中一些文章涉及到技术,而另一些则涉及到衬度的解释,还有一些涉及到把观测应用于了解缺陷的性质。本文通过介绍实验X射线貌相学的基础,连同足以了解衬度特征的理论,通过讨论貌相技术的多样变化,并给出将此技术应用于研究在制作半导体晶体中常见的缺陷或应变的例子,从而提供了一个包括前述所有课题的文献指南。虽则,将给出一些未发表过的结果,但文章的大部分则致力于评论和编纂涉及到广泛课题的已发表的资料。因此本文包括了一个范围广泛而又适当地完整的书目。这个书目在附录2中按照课题进行交叉索引。最后,为了帮助那些曾经体验到实验上困难的人们,在附录3中将讨论和说明通常遇到的像中的花色及缺陷的起因和防止方法。

衬度的形成和貌相技术

貌相技术的几何学及像分辨率

X射线貌相技术的分辨率能最好地用熟知的透射Lang技术^[1~4]来叙述。它的水平几何学表明于图1a中。一束发散的X射线从一个高为 h ,宽为 w 的X射线焦点发出,通过一组距

离 X 射线源为 L^* 、分隔为 L_1 的光阑, 打到晶体试样上。晶体处在适当的角度, 把进入的 X 射线衍射到在 $2\theta_B$ (布喇格角的二倍) 位置的计数管中。计数管用来调整晶体使达到最大衍射强度。一张对 X 射线灵敏的底片插在晶体和 X 射线计数管之间, 与试样相距 x , 以记录衍射光束的像。为了防止通过晶体的直接射线束使底片曝光, 一个分隔为 L_2 的光阑放在晶体和底片之间, 并将它调节得仅允许衍射光束通过。

因为 L_1 一般是十分小的, 一次仅晶体的一个狭小部分成像。所以, 为了记录大面积的貌相图, 晶体和底片必须在图 1a 所示的方向上穿过 X 射线束进行扫描。

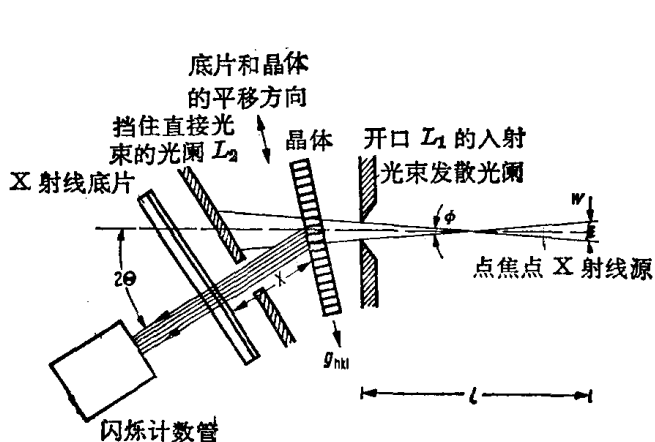


图 1a 表示扫描透射 Lang 貌相
几何学的示意说明

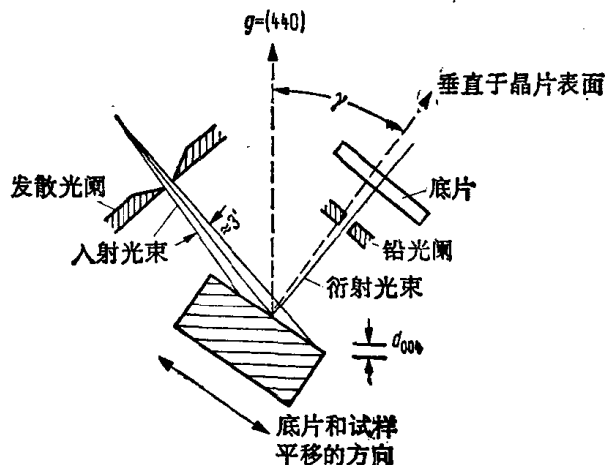


图 1b 表示不对称扫描反射貌相
几何学的示意说明

X 射线焦点的尺寸是由 X 射线发生器的类型(细焦点, 微焦点或是普通焦点)以及 X 射线管的位置(或是水平的, 或是垂直的)来决定的。对于貌相研究中最经常使用的水平安装的管子, 靶上 X 射线的线状像以大约 5° 的水平投射角从 X 射线窗口投射出, 故真实高度 h 和真实长度 l 的线状像表现为高度 h 和宽度 $w = l \sin 5^\circ$ 的斑点。对于普通焦点的 X 射线管, $h \approx 1 \text{ mm}$, $l \approx 1 \text{ cm}$, 得到 $1 \times 1 \text{ mm}$ 的点焦点, 而对于微焦点 X 射线管, $h \approx 0.1 \text{ mm}$, $l \approx 1 \text{ mm}$, 得到 $0.1 \times 0.1 \text{ mm}$ 的点焦点。对于某些 X 射线管, 能够获得约 $40 \mu\text{m}$ 直径的点焦点。

晶体中的每个点都将以焦点的整个高度 h 在底片上成像, 故 Lang 技术的几何垂直分辨率 r 由

$$r = xh/L \quad (1)$$

给出^[5~8]。因为 L_2 必须在试样和底片之间, x 在实际上被限制成大约 1 cm 的极小值。因此, 为了获得好的分辨率, h 必须是小的而 L 必须是大的。如前所述, h 在 0.1 到 1 mm 之间, 所以为了获得几个微米的几何垂直分辨率, L 必须在 50 到 100 cm 的数量级。

像的几何水平分辨率由 X 射线束的水平发散度 Φ 决定, 式中

$$\Phi = \frac{w + L_1}{L} \quad (2)$$

对于通常的 Lang 技术, Φ 由 $K\alpha_1 \sim K\alpha_2$ 双线的分离度 $\Delta\lambda$ 决定。 $K\alpha$ 双线会引起一个双重像; 为了获得最大的分辨率, 必须排除 $K\alpha_2$ 成分。 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 双线之间的衍射角差 $\Delta\theta_{1-2}$ 为

$$\Delta\theta_{1-2} = \Delta\lambda / 2d_{hkl} \cos \theta_B \quad (3)$$

* 因为与 L 相比光阑靠近试样, 故 X 射线源到试样的距离能用 L 来近似。

其中 d_{hkl} 是用于衍射的晶体平面 (hkl) 的间距。为了能够把晶体调准得只衍射 $K\alpha_1$ 成分, Φ 必须小于 $\Delta\Theta_{1-2}$ 。例如, 对于 $\text{MoK}\alpha$ X 射线, $\text{Si}\{220\}$ 反射, $\Delta\Theta_{1-2}$ 约为 $4'$ 弧度。对于好的垂直分辨率, L 已经确定为约 100cm , 所以 $w+L_1$, 必须小于约 1mm 。在 X 射线强度开始急剧跌落之前, w 只能减小到大约 $100\mu\text{m}$, 所以 L_1 是 $0.5\sim 1.0\text{mm}$ 数量级。(正如我们在后面将要指出的, 为了获得最佳的结果, 最好是减小 w , 增加 L_1)。如果 X 射线束的水平发散度保持低于 $\Delta\Theta_{1-2}$, 几何水平分辨率由三个因素决定: 晶体反射的本征宽度; 特征 $K\alpha_1$ 峰的波长范围; 以及晶体离底片的距离 x 。Hart^[5] 曾经指出, 在前二个因素中波长范围是最重要的。由于这二个因素造成的几何水平分辨率, 对于距离 $x=1\text{cm}$, 约为 $2\mu\text{m}$ 。这与几何垂直分辨率相类似, 但出于完全不同的理由。当晶体中的一个点将接受 X 射线靶整个高度 h 而衍射时, 它将只接受宽度 w 的很小一部分而衍射。

由于受到晶体衍射的 X 射线束具有小的水平发散度, 靶的整个宽度将发出基本平行的 X 射线。不管 L 多大, 它都将从试样上宽度 w 的区域衍射。因此, X 射线强度随 $1/L$ 降落 (这是由于光束的垂直发散度造成的) 而不是随 $1/L^2$ 降落, 如通常的强度随距离减小那样。因此, 虽则对于类似的垂直分辨率, 微焦点管要求一个比普通焦点小的 L , 并且通常具有更高的功率密度, 因而每单位靶面积发射出更多的 X 射线。然而, 普通点焦点较大的水平尺寸补偿了其中某些部分, 使这二种类型的管子实际上具有大致相类似的曝光时间。可是, 在焦点尺寸比较大的情形时, 必须注意让整个焦点大小都通过光阑 L_1 , 即 $w < L_1$, 否则强度就浪费了。因为若 $L_1 = w$, 则 $\frac{2w}{L} < \Delta\Theta_{1-2}$, 这意味着 L 可以由水平分辨率条件来决定, 而不是由垂直分辨率条件决定。既然 w 是被投射角用水平减缩 l 的方法得到的, 因而如有必要, 有时可以用小于 5° 的投射角再稍微减小一些 w 。对于低角度反射, 这时 $\Delta\Theta_{1-2}$ 是小的, 为了容许分开 $K\alpha_1-K\alpha_2$ 双线, 利用低的投射角或收拢 L_1 可能是行不通的, 因为曝光时间可能太长了。在这种情况下, 可以将 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 二个像同时记录下来而不致于太损失水平分辨率, 因为像的分离度 $x \cdot \Delta\Theta_{1-2}$ 也是小的。

能拍摄到的貌相图的类型可以分成^[9]透射(劳厄)几何学或反射(布喇格)几何学。前者, 入射的和衍射的 X 射线束从不同的表面进入和离开晶体; 而后者, 光束进入和离开同一个晶体表面。此外, 貌相图能再细分为对称反射或不对称反射。前者, 入射的和衍射的光束与晶体表面构成相等的角度, 而后者, 角度是不相等的。对于所有的反射, X 射线计数管都放在 $2\Theta_B$ 处(布喇格角的二倍)*, 晶体参考面的法线置于 ω 处, 式中

$$\omega = 90 + \Theta_B + \gamma \quad (4)$$

其中 ω 是相对于入射光束方向测量的, γ 是参考表面的法线和衍射矢量 g_{hkl} (垂直于衍射平面) 之间的角度。对于劳厄几何学, 对称反射, $\gamma = 90^\circ$, 故 $\omega = \Theta_B$ 。对于布喇格几何学, 对称反射, $\gamma = 0$, $\omega = 90^\circ + \Theta_B$ 。在方程 (4) 中看到, 一般地, 对 ω 存在二种可能的位置, 相应于 $+\gamma$ 和 $-\gamma$; 如果在几何上它们是真能接受的话, 这二个解相应于 (hkl) 和 ($\bar{h}\bar{k}\bar{l}$) 反射。

在图 2a 中示出了一台置于透射几何位置的作为商品提供的 Lang 照相机。照相机由一个可调节宽度的入射束光阑、一个带有三组旋转轴, 固定在高精度滑动组件上的精密的试样测角

* 对某些通常的半导体晶体, 它们的 $2\Theta_B$ 值给于附录 4。晶面最高用到 $\{hkl\} = \{440\}$, 使用 Mo , Cu 及 Cr 的 $K\alpha_1$, $K\alpha_2$ 和 $K\beta$ 辐射。

仪、一个滑轨驱动机构(由一个可逆变速直流马达和一组可调节位置的限位开关组成)、一个位置和开口大小均能调节以适应特定实验条件的挡住光束的光阑、以及一个不透光但 X 射线透得过的底片夹具构成,甚至在已放置底片时,该夹具将仍允许进行强度监控。试样安装在测角仪上,处于把入射 X 射线衍射进 X 射线计数器的近似位置。计数器是为调准的目的而使用的,并对所选择的反射放在预定的 $2\theta_B$ 处。利用测角仪的调节,试样严格地取向到给出最大衍射强度而仍允许分开光束的 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 成分(若有必要,调节光阑 L_1)。挡住光束的光阑

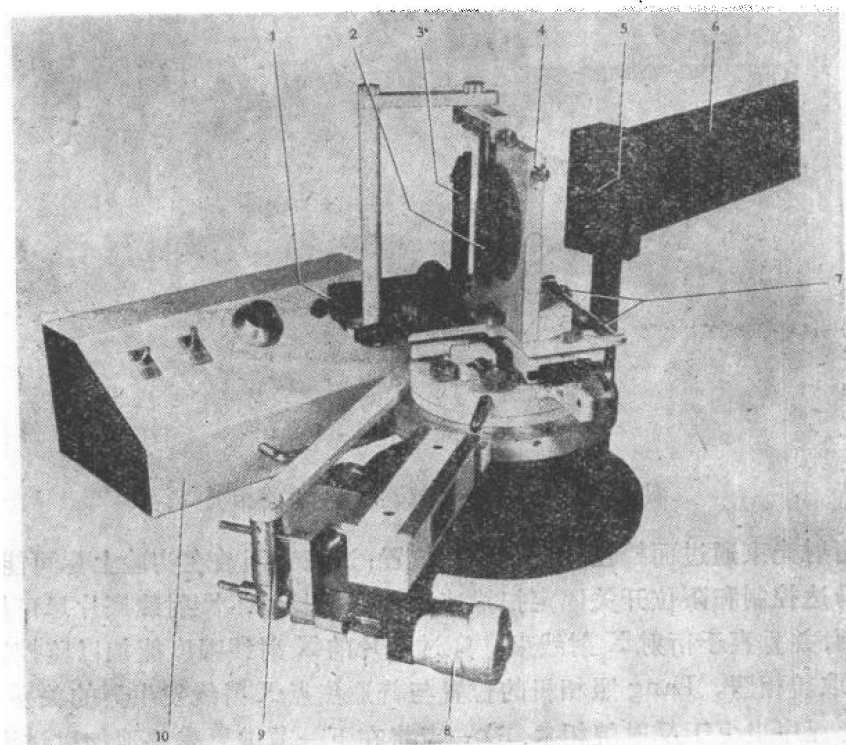


图 2a 置于透射几何位置的 Lang 照相机。为示出照相机细节,已移去了 X 射线探测器。

1—马达 2—光阑 L_2 3—底片盒 4—试样测角仪 5—光阑 L_1 6—准直管
7—限位开关 8— ω 控制(细调) 9—回摆器 10—马达控制

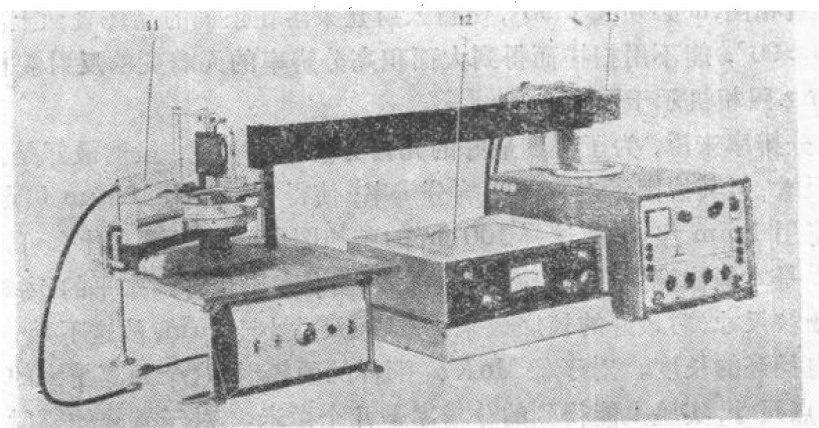


图 2b 置于透射几何位置的 Lang 照相机,安装在西门子 Kristalloflex 2 型 X 射线发生器上。X 射线管水平安放。

11—探测器 12—X 射线计数率仪 13—X 射线源

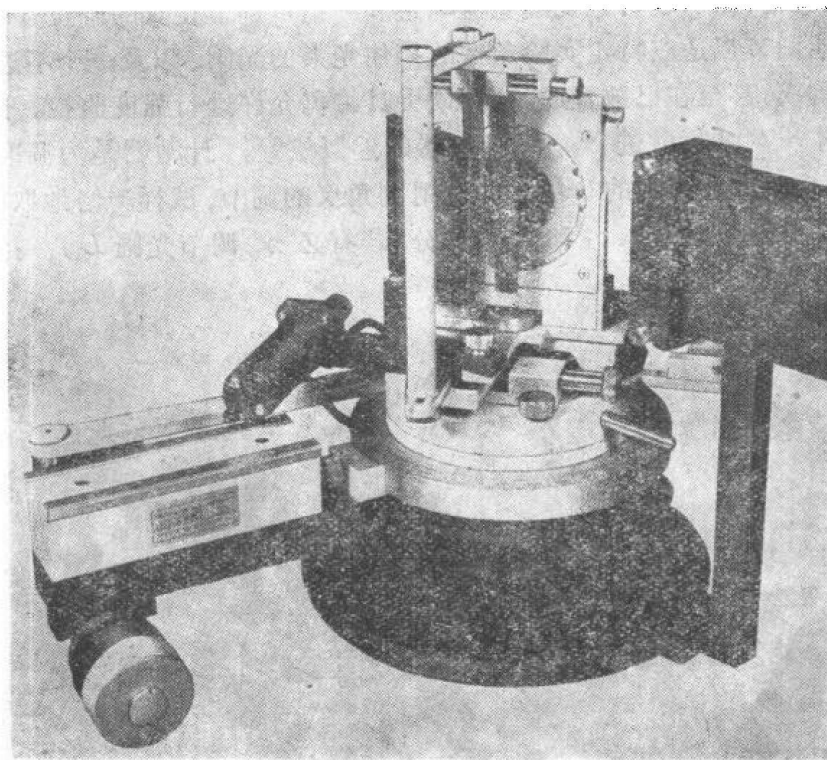


图 2c 置于反射几何位置的 Lang 照相机

放在允许整个衍射光束通过而挡住直接光束的位置;这些光阑放在实验上尽可能靠近试样处。然后,借助于马达控制和限位开关固定扫描速度和扫描长度,X射线底片尽可能靠近挡住光束的光阑的背面,并垂直于衍射X射线束。穿过底片的X射线强度能加以监控以作出曝光时间的估计,并摄取貌相图。Lang照相机的位置与普通焦点X射线发生器的关系示于图 2b。

类似的调准程序也用于反射貌相术,这一点将在下一节中更完整地加以讨论。扫描反射貌相术的几何学示于图 1b;像分辨率的测定类似于对透射貌相术所作的讨论。一般地,反射技术的分辨率优于透射技术的分辨率,因为挡住光束的光阑 L_2 和底片能放得更靠近试样(实际上,在反射几何中的光阑 L_2 只防止使底片曝光的杂散辐射,若愿意移去也是可以的)。能够看出,对于反射貌相图, ω 必须大于 90° ,使得入射光束落在正确的晶体表面上。正如后面将看到的,若 $\omega \approx 2\theta \approx 90^\circ$,能不用扫描而得到大面积高分辨率的无畸变的反射貌相图。置于反射几何位置的 Lang 照相机示于图 2c。

最后,仅就分辨率来说,为了得到最好的几何分辨率和衬度,虽然最好是使用能得到的尽可能细的焦点尺寸,但其他因素也可能影响分辨率,使得在一张用 $100\mu\text{m}$ 焦点,离试样 50 cm 的貌相图和一张用 1 mm 焦点,离试样 100 cm 的貌相图之间可能没有什么可察觉的差异。这些其他的因素^[6]是本征像宽度(即离位错核心衍射强度高出于背景水平的距离,可能是 $10\mu\text{m}$ 数量级),乳胶颗粒尺寸(对最好的核底板来说,颗粒尺寸小于 $1\mu\text{m}$,故这不是一个重要的因素)以及乳胶内光电径迹的长度。对于像 $\text{MoK}\alpha_1$ 那样的硬辐射,这个距离是大的,或许为几个微米,所以不管焦点尺寸,实验上能得到的分辨率是几个微米。对于较软的辐射,这个距离略小些。最好的实验分辨率是用反射几何和从远离试样的小焦点发出的软辐射得到的,这里,底片能够放得极为靠近试样(不需要光阑 L_2)。在这些条件下,曾报导过优于 $1\mu\text{m}$ 的分辨率^[10]。

为了记录最大分辨率,而曝光时间又不太长,必须使用特殊的X射线底片,并且必须放得

垂直于衍射光束。为了得到最好的结果,使用核径迹底板(可从美国的柯达,英国依萨克斯的依尔福和日本的富士处得到)。它们有各种尺寸和各种乳胶厚度可供使用。对于软 X 射线(Cr , Fe , Cu), $10\mu\text{m}$ 厚的乳胶就足够了,然而对于较硬的辐射(Mo , Ag),需要 $25\mu\text{m}$ 或 $50\mu\text{m}$ 的乳胶。这些底板必须小心地处理以得到最大的衬度和分辨率。对于依尔福底板,乳胶 G-5 或 L-4,附录 1 中给出了一个适宜的显影程序^[3, 5, 11]。G-5 乳胶比 L-4 乳胶快些,但颗粒较粗些。它具有一个介于牙科底片和 L-4 乳胶之间的分辨率和底片速度。G-5 乳胶能够保证放大到约 150 倍,而 L-4 乳胶能保证放大到约 300 倍。在 Hart 的论文^[6]中给出了乳胶特性的细节和影响像分辨率的因素。

衬度的形成

正如从方程(2)所看到的, X 射线束的水平发散度保持在恰好低于分开 $K\alpha_1-K\alpha_2$ 成分所需的数值处,对通常遇到的情形,大约为 $4'$ 弧度。可是,按照 X 射线衍射的动力学理论^[5, 12~14],一个完整晶体将在 $4'$ 宽的入射光束中把一束 X 射线衍射到仅仅几秒弧度的发散度,如图 3 所示的那样。

一个完整的单晶仅按动力学衍射,产生一张灰色的、无特征的 X 射线貌相图。但是,晶体中的一个缺陷可能严重地弯曲它周围的点阵平面,这个畸变区能由入射光束强度的“翼区”衍射出 X 射线强度,而该“翼区”强度不为缺陷周围的完整晶体所衍射。这种额外的衍射强度将产生缺陷的“运动学”像或直接像^[6, 9],它迭加在灰色的动力学背景上。

除这种直接像外,还将有一个缺陷的动力学像,产生于并不像上述那样严重畸变的应变场区域,这个像可能迭加,也可能不迭加在直接像上。为了使下面的讨论清晰起见,将只讨论这两个像成分,并假设它们是相互独立的。虽然详细地说明 X 射线理论不是本文的内容,但由于在使用 X 射线貌相技术中衬度的诠释极为重要,所以,相当大量的讨论是必要的。

直接像

入射 X 射线光束中可用于动力学衍射的部分只是总入射光束的一个小部分——或许是 10% (图 3)。另一方面,由于缺陷的存在而弯曲的点阵平面能够在扫描过程中当缺陷通过入射光束时衍射入射光束翼区的大部分,导致与动力学背景相比高得多的局部衍射强度^[9]。因此,缺陷或应变区在直接像貌相图上表现为灰色背景上的黑色像(这种叙述等于说一个嵌镶晶体的积分强度大于理想完整晶体的积分强度,事实上,通常的 Lang 貌相图显示与背景的积分强度相比较的一个缺陷的积分强度)。

缺陷周围点阵平面的弯曲一般地是各向异性的;例如,包含螺位错的柏格斯矢量的点阵平面具有最小的畸变,而垂直于柏格斯矢量的那些平面具有最大的畸变。因此,用前一组衍射平面作出的含有螺位错的晶体的 X 射线貌相图将不显示出位错的像,而用后一组平面作出的貌相图将以最大衬度显示位错^[16]。用柏格斯矢量 $\mathbf{b}$ 和衍射矢量 $\mathbf{g}$ 表示,对于 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ 具有最小

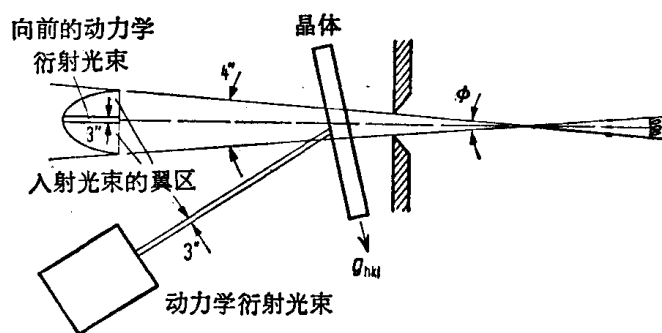


图3 表示入射光束的直接区和动力区相对贡献的示意图。入射光束的“翼区”用于产生直接像。

的衬度,对于 $g \parallel b$ 具有最大的衬度。类似的规律也用于刃位错,而且确实也用于所有的应变场的像。虽然,直接像对 $g \cdot b$ 的量值是灵敏的,但对 $g \cdot b$ 的向指是不灵敏的。暂不论立体效应,应变场的一张 (hkl) 直接像貌相图将具有与 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 貌相图相等同的衬度^[9]。

当光阑 L_1 (图 1a) 开得尽可能宽^[6], 以容许与方程 (2) 一致的最大光束发散度, 直接像以最好的衬度表现出来。这是由于应变灵敏度随进入光束的发散度的增加而减小 (当入射光束发散度减小时, 就能探测到愈来愈小的点阵倾斜, 导致像的漫散性) 以及由于相对于对动力学衬度有贡献的区域而言, 有较大的入射光束翼区能用于应变场*的衍射的缘故。如果光束发散度减少得太多, 直接像就消失了^[9]。为了得到最好的直接像, 如果曝光时间不是关键的, 则 X 射线焦点在水平和垂直二方面都应尽可能小, L_1 应尽可能大。这是焦点尺寸小的 X 射线管的一个优点, 而与几何分辨率考虑无关。

可以认为直接像是缺陷应变场直接散射入射 X 射线束而造成的, 除正常的光电吸收外与晶体的其余部分无关。因此, 直接像按 $e^{-\mu_0 t_0}$ 衰减 (μ_0 = 光电吸收系数, t_0 = 晶体厚度); 对于 $\mu_0 t_0 > 1$, 直接像由于吸收几乎完全消失。因此, 直接像貌相图相应于薄晶体情形, 这里 $\mu_0 t_0 < 1$ ^[17] (这种情形常被称为消光衬度貌相学, 因为衬度并不依赖于消光现象, 这个误称应予停止)。一般地, 具有直到大约 $10^4/\text{cm}^2$ 位错密度的晶体能以薄晶体情形成像, 在核底板上要求曝光时间一至几个小时。对于更高的位错密度, 位错像重迭了, 不能分辨出单个缺陷。

动力学像

除背景动力学衬度外, 还存在来自其他来源的动力学衬度——例如, 来自试样厚度的变化, 由于诸如堆垛层错那样的缺陷所造成的位相移动, 以及由于应变场等等——了解所有的衬度对正确地解释 X 射线貌相图是不可缺少的。虽然动力学衬度成因的实际机制是复杂的, 但衬度形成的某些方面能够不借助于精巧的数学推导而定性地予以描述。在本节中, 为了对后面各节的讨论提供一个轮廓, 将对于对称劳厄条件作这样的一次尝试。对于详细的理论, 应该参考本节采用的原始参考文献, 特别是 Batterman 和 Cole^[13], James^[10] 及 Hart^[5] 的工作。此

处所用的符号即系 Batterman 和 Cole 所用者。

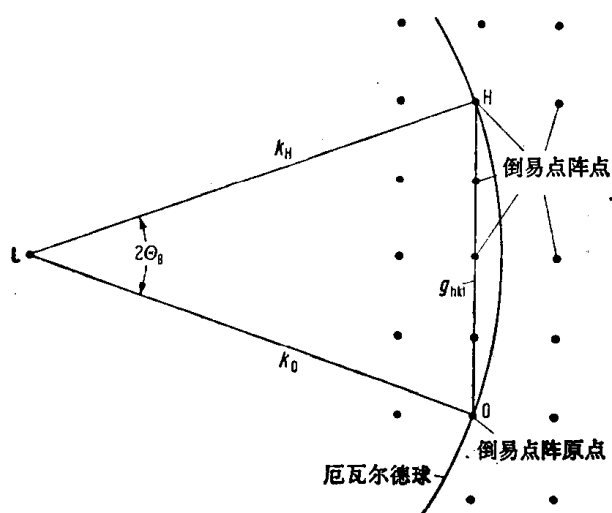


图 4 对一个起作用的倒易点阵点的厄瓦尔德球接构, 运动学衍射条件。

考虑一个真空数值波矢量 k_0 ($|k_0| = 1/\lambda$) 的 X 射线波, 打在严格地处在 (hkl) 平面组衍射的布喇格角 θ_B 位置的晶体上。该组平面的面间距为 d_{hkl} , 故 $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B$ 。这个波矢量的原点是点 L (图 4), 其端点在倒易点阵的原点 O 。根据 X 射线衍射的几何理论^[18], 如果位于倒易点阵矢量 $g_{hkl} = \overline{OH}$ ($|g_{hkl}| = 2 \sin \theta_B / \lambda = 1/d_{hkl}$) 端点的倒易点阵点 H 处在以 L 为中心, $|k|$ 为半径的球 (厄瓦尔德球) 的表面上, 在 $\overline{LH}$ 方向上将有一个波矢量 k_H ($|k_H| = 1/\lambda$) 的衍射光束。在

几何理论中, 不考虑直接光束和衍射光束之间的交互作用, 计算出来的强度相应于运动学理论的计算强度。

* 原文为 train field, 似应为 strain field 之误。(译者注)

当包含了动力学条件时, 在透射光束方向上的波与衍射光束方向上的波之间的交互作用就不再能略去了。因为对于 (hkl) 平面的反射, 布喇格定律是满足的, 所以衍射光束处在被 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 平面衍射回入射光束方向的正确取向上, 并与入射光束发生干涉。

这个各种衍射波的多重交互作用问题是达尔文在 1914 年^[19]首先处理的, 后来为 Borie^[20]所推广。对这个问题的研究是考虑晶体由规则分布的晶面构成, 它应穿透及衍射落在它上面的一部分 X 射线波, 并把这些波对整个晶体迭加起来。厄瓦尔德^[21]把晶体看作为是由三维排列的点状散射中心构成的。这些散射中心在入射波和衍射波之间达到动力学平衡。劳厄^[22]采取了更一般化的方法。他认为晶体由散射材料周期性的连续分布所构成, 动力学条件由晶体波在周期变化的复介电常数介质中满足布喇格定律和麦克斯韦方程的要求所决定。合成动力学方程的解给出了晶体中能容许的波矢量, 这些波矢量的性质决定了散射强度^[23]。

介电常数或其平方根 (折射率) 的复数特性是把原子散射因子取为复数来考虑的, 动力学理论的详细特性来自于这些复数因子。因为这些因子在后面的讨论中将用得很多, 在这里把它们描述一下是有用的。对于一组 (hkl) 平面的反射, 结构因子 F 定义为

$$F_{hkl} = \sum_n f_n \exp 2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n) \quad (5)$$

这里的累加是对单位晶胞内所有的原子 n 进行的, 它们在晶胞内的位置由坐标 x_n, y_n, z_n 给出。现在, 原子散射因子 f_n 取为复数

$$F_{hkl} = \sum_n (f_n + \Delta f'_n + i\Delta f''_n) \exp 2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n) \quad (6)$$

其中, $\Delta f'_n$ 和 $\Delta f''_n$ 是 f_n 的 Hönl 修正^[24], 故

$$F_{hkl} = F'_{hkl} + iF''_{hkl} \quad (7)$$

这里

$$F'_{hkl} = \sum_n f'_n \exp 2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n)$$

$$F''_{hkl} = \sum_n \Delta f''_n \exp 2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n)$$

以及

$$f'_n = f_n + \Delta f'_n$$

F'_{hkl} 和 F''_{hkl} 二者由于所选择的单位晶胞内原子的空间排列, 都可能是复数。因此,

$$\left. \begin{aligned} (F'_{hkl})_R &= \sum_n f'_n \cos 2\pi (hx_n + ky_n + lz_n) \\ (F'_{hkl})_I &= \sum_n f'_n \sin 2\pi (hx_n + ky_n + lz_n) \\ (F''_{hkl})_R &= \sum_n \Delta f''_n \cos 2\pi (hx_n + ky_n + lz_n) \\ (F''_{hkl})_I &= \sum_n \Delta f''_n \sin 2\pi (hx_n + ky_n + lz_n) \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

这里, R 和 I 表示实数因子和虚数因子。对于中心对称的晶体

$$(F'_{hkl})_I = (F''_{hkl})_I = 0$$

对 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 反射, 相应的公式是

$$\left. \begin{aligned} (F'_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}})_R &= (F'_{hkl})_R \\ (F'_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}})_I &= -(F'_{hkl})_I \\ (F''_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}})_R &= (F''_{hkl})_R \\ (F''_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}})_I &= -(F''_{hkl})_I \end{aligned} \right\} \quad (9)$$

由于有来自 (hkl) 平面背面的散射, 故这些公式也是需要的。

所以,对于中心对称的晶体, $F_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}} = F_{hkl}$ 。 $F_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}}$ 和 F_{hkl} 仍是复数。这是由于 $\Delta f''$ 的贡献造成的。在透射光束方向上,结构因子是 $F_0 = F'_0 + iF''_0$ 。今后,将把透射光束方向称为向前衍射光束方向,以区别于多重散射的入射光束的贡献。

在动力学散射条件下,不再存在相应于 Θ_B 的布喇格定律严格解;说得更恰当些,动力学衍射出现在绕 Θ_B 为中心的小的角范围内,并存在无数个可能的波矢量。

与几何理论等效的动力学理论对于劳厄透射几何学情形和一个偏振态 P 示于图 5a。真空数值波矢量 k_0 的原点是 L ,但在对晶体折射率平均值修正了的晶体中,波矢量的原点是 Q ,所以

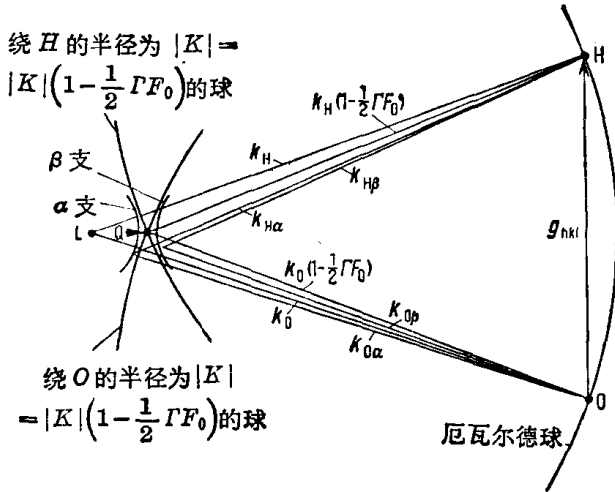


图 5a 对一个起作用的倒易点阵点、动力学衍射条件、偏振态 $P=1$ 的厄瓦尔德球结构。距离 $\overline{QH}$ 和 $\overline{QO}$ 被大大地压缩了。

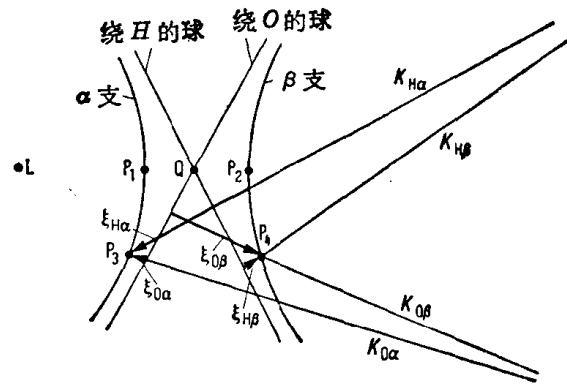


图 5b Q 点附近区域的放大,绕 O 和 H 的球用直线近似表示。

$$\begin{aligned} |K| &= \overline{QO} = \overline{LO} \left(1 - \frac{1}{2} \Gamma F_0\right) \\ &= \overline{QH} = \overline{LH} \left(1 - \frac{1}{2} \Gamma F_0\right) \end{aligned} \quad (10)$$

其中

$$\Gamma = \frac{r_e \lambda^2}{\pi V} \quad (11)$$

r_e 是经典的电子半径,等于 $2.82 \cdot 10^{-13} \text{ cm}$ 。 V 是单位晶胞的体积。此时,晶体中真实波矢量的原点由下述条件确定,即晶体内的真实波矢量与对平均折射率修正了的真空数值波矢量在入射光束方向上的差,乘上对于衍射光束上等效的差为一常数。

如果这二个差用 ξ_0 和 ξ_H 表示,基本动力学方程是

$$\xi_0 \xi_H = \frac{1}{4} |k|^2 P^2 \Gamma^2 |F_H F_{\bar{H}}| \quad (12)$$

这里偏振态能够等于 1 或者 $\cos 2\Theta_B$ 。该方程的解给出真实波矢量原点在晶体中的轨迹。这些真实波矢量的原点这里将称为波点。对每个偏振态 P , 方程(12)的解是倒易空间中的二个双曲线片,其中心为 Q , 并为色散表面的二支。一支 (α 支) 给出比 K 长的波矢量 K_α 的波点之轨迹, 另一支 (β 支) 给出比 K 短的波矢量 K_β 的波点之轨迹。每个波点在入射光束方向上有一个分量 $K_{0\alpha}$ 和 $K_{0\beta}$, 在衍射光束方向上也有一个分量 $K_{H\alpha}$ 和 $K_{H\beta}$ 。由于一个入射波, 在晶

体中总共存在八个波矢量。 α 支波与 β 支波的位相相差 180° 。

色散表面几何学的痕迹与某些可能的波矢量一起示于图5a。在这个图中,自 Q 至 O 或 H 的距离被压缩大约 10^4 的一个因子;按真实标尺, O 和 H 离 L 的距离与离色散表面的距离相比应非常远。仅示出了 K 的实部。

动力学方程中的基本参量是任一真实波 $|K_{O\alpha}|$, $|K_{H\alpha}|$, $|K_{O\beta}|$ 或 $|K_{H\beta}|$ 与 $|K|$ 之间的差 ξ_o 和 ξ_H 。在图5a中,这后一距离是用以 O 或 H 为中心, $|K| = |k| \left(1 - \frac{1}{2}\Gamma F_0\right)$ 为半径的球表示的,这些球交于 Q 。因为与 ξ_o 和 ξ_H 相比, O 和 H 离开 Q 是那么远,故在 Q 附近区域的一个放大截面中能近似为直线,见图5b。此时,与动力学散射的性质有关的临界距离是波点到这些线的距离。

距离 ξ_o 和 ξ_H 由

$$\left. \begin{aligned} \xi_{O\alpha} &= |K_{O\alpha}| - |k| \left(1 - \frac{1}{2}\Gamma F_0\right) \\ \xi_{O\beta} &= |K_{O\beta}| - |k| \left(1 - \frac{1}{2}\Gamma F_0\right) \\ \xi_{H\alpha} &= |K_{H\alpha}| - |k| \left(1 - \frac{1}{2}\Gamma F_0\right) \\ \xi_{H\beta} &= |K_{H\beta}| - |k| \left(1 - \frac{1}{2}\Gamma F_0\right) \end{aligned} \right\} \quad (13)$$

给出,它们彼此由方程(12)联系。对所说明的四个波矢量,其 ξ 示于图5b。方程(12)是个复数方程,在图5b中仅画出 ξ 的实部。

在任一时刻起作用的波点完全由入射光束相对于衍射平面所成角度的实验条件几何学,和衍射平面对晶体表面的夹角决定。对 Θ 稍小于 Θ_B 的情形表明于图6。给出X射线对衍射平面夹角的真空波矢量的原点用 A 表示,这里距离 AL 正比于对 Θ_B 的偏离 $\Delta\Theta$ 。通过 A 点画出晶体表面的法线直到与色散表面相交为止——这些交点是起作用的波点,并产生晶体内的真实波矢量。这种选择原则是波矢量在晶体表面的横向成份守恒,等效于光学中的斯涅尔定律。从图6能够看到,如果布喇格定律是严格满足的,点 A 与 L 一致,就选择二个直径波点 P_1 和 P_2 。在图6中, P_1 和 P_2 下面的波点相当于布喇格角 $\Theta < \Theta_B$,而在 P_1 和 P_2 上面的波点相当于 $\Theta > \Theta_B$ 。

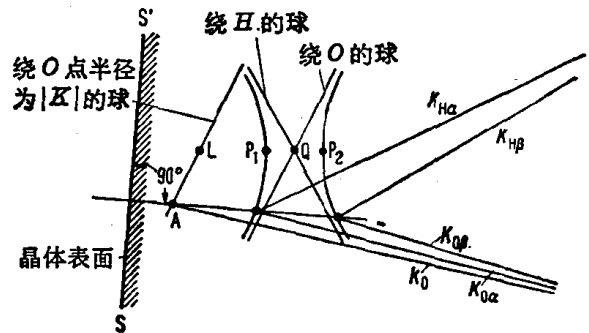


图6 对一束非常狭的入射X射线,偏振态 $P=1$ 的波点选择的几何学。距离 AL 是对布喇格定律严格解的偏离 $\Delta\Theta$ 的量度。 $S-S'$ 是晶体表面的径迹。

现在,在这个讨论中最重要的波点的性质是吸收性质(与 ξ 的虚部相联系),对 α 和 β 二支波,在 O 方向上相对于在 H 方向上的波的散射振幅以及 α 支波场对 β 支波场的相对贡献(与 ξ 的实部相联系)。所有这些都作为 $\Delta\Theta$ 的函数。 $\Delta\Theta$ 通常用一个无量纲的参量 η' 表示,这里

$$\eta' = \Delta\Theta \sin 2\Theta_B / |P| \Gamma |F_H F_H|^{1/2} \quad (14)$$

它基本上是一个常数的实部乘以 $\Delta\Theta$ 。对于直径波点, $\Delta\Theta=0$ 。对 $\Delta\Theta$ 是几秒弧度情形, η' 近似地是加上或减去一个小的整数。