

индекс 3624



ЕРЕВАНСКИЙ ФИЗИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

БФН-745(60)-84

ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ИНФОРМАЦИИ И ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО АТОМНОЙ НАУКЕ И ТЕХНИКЕ

Э.С.АБОВЯН, Г.М.АВETИСЯН, Г.С.АКОПЯН,
П.А.БЕЗИРГАНЯН, А.Г.ГРИГОРЯН, М.Д.ПЕТРОСЯН

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОБРАБОТКА СИНХРОТРОННЫХ ТОПОГРАММ С
ПОМОЩЬЮ ЭВМ. III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ РАЗОРИЕНТАЦИИ
БЛОЧНОГО КРИСТАЛЛА

ЕРЕВАН-1984

E.S.ABOVIAN*, G.M.AVETISIAN*, G.S.AKOPIAN*,
P.A.BEZIRGANIAN*, A.G.GRIGORIAN, M.L.PETROSIAN

QUANTITATIVE COMPUTER TREATMENT OF SYNCHROTRON TOPOGRAMS:

III. DETERMINATION OF MISORIENTATION PARAMETERS

OF MOSAIC CRYSTAL

The spectrum continuity and nearly parallel character of the synchrotron radiation enable to reveal the mosaic microstructure of imperfect crystals and to determine the misorientation angular parameters by a rather simple method that essentially differs from previous ones. The suggested new method is based on a high-precision determination of orientation of the crystal-sample separate blocks. The method enables to determine with a high accuracy (of the order one angular minute) the direction of the misorientation axis and the rotation magnitude of crystalline blocks (not necessarily having a common boundary on the diffraction pattern).

Yerevan Physics Institute

Yerevan 1984

* Yerevan State University

Введение

Для исследования степени совершенства реальных кристаллов достаточно успешно применяются различные рентгеновские топографические методы [1-5] выявления блочной микроструктуры, а также определения направления оси и величины угла разориентации между блоками.

Среди них наиболее развиты специальные методы, в которых принцип получения дифракционного изображения от блочного кристалла основан на использовании расходящегося рентгеновского монохроматизированного излучения, а определение углов между одинаковыми кристаллографическими плоскостями соседних блоков достигается путем измерения величины смещения между изображениями какой-то точки границы этих блоков [2]. Отметим, что предельная точность определения угла разориентации достигает нескольких угловых минут (например, в [3]). Однако достижение этой точности практически затруднено в связи с тем, что в предлагаемых схемах [3] неизвестно точное взаимное расположение кристалла и плоскости регистрации дифракционного изображения. Не углубляясь в детали этих методов, отметим, что описанные способы

принципиально непригодны для решения задачи разориентации между блоками по топограммам, полученным на синхротронном излучении.

Действительно, если в этих методах удовлетворение условия дифракции от разориентированных блоков происходит за счет расходимости падающего на кристалл монохроматизированного излучения, то на синхротронных топограммах, во-первых, изображение отдельных блоков образовано различными длинами волн непрерывного рентгеновского спектра синхротронного излучения [6], и, во-вторых, на образец падает излучение, имеющее очень малую расходимость, т.е. рентгеносъёмка проводится в почти параллельных лучах. Именно последнее обстоятельство делает непригодным применение существующих методов расчета угловых параметров блочной микроструктуры реальных кристаллов при работе с синхротронным излучением. Между тем, подобная специфичность синхротронного излучения позволяет приступить к решению задачи определения разориентации довольно простым способом, существенно отличающимся от предыдущих.

Метод определения разориентации

В основу метода заложено высокопрецизионное определение ориентации отдельных блоков кристалла-образца [8]. Такой подход открывает не только новый прямой способ для решения поставленной задачи, но и содержит большие потенциальные возможности для повышения точности в определении направления осей и величины углов разориентации между различными блоками (необязательно соседними) без дополнительного усложнения рентгенооп-

тической схемы эксперимента. Таким образом, задача сводится к непосредственному прецизионному измерению координат, дифрагированных различными кристаллическими плоскостями для нескольких рефлексов рентгенограммы, с последующим определением ориентации каждого из блоков по методу [8].

Как отмечено в [6], на рентгенограммах, полученных синхротронным излучением, каждый отдельный рефлекс является топограммой высокого разрешения. На рис.1 представлена топограмма, полученная от монокристалла молибдата свинца по схеме боковой съёмки на отражение. На дифракционном изображении наглядно просматривается блочная микроструктура объекта и особенности ее появления: изображения отдельных блоков частично накладываются (темные участки) или разделяются (светлые участки) [6].

На подобных топограммах практически возможно достижение высокой точности в измерении не только координат меченых точек отдельных блоков [8], но и за счет высокого разрешения вполне реально различить два изображения одной и той же точки на границе соседних блоков с точностью того же порядка.

Опишем схему расчета углов и направления осей разориентации блоков мозаики способом высокопрецизионного определения ориентации каждого отдельного кристаллического блока исследуемого образца. На синхротронных топограммах выбираются, по крайней мере, шесть рефлексов с близкими брэгговскими углами дифракции. Во всех этих рефлексах-топограммах измеряются координаты изображений меченой точки некоторого "основного" блока. По методу [8] прецизионно уточняется ориентация данного кристаллического блока и с большей точностью определяется расстояние X_0 кри-

талл-плоскость регистрации дифракционной картины. Далее в трех рефлексах-топограммах измеряются координаты изображений меченых точек некоторого другого блока (необязательно имеющего общую границу с основным блоком).



Рис.1 Синхротронная топограмма, полученная на отражение от мозаичного монокристалла молибдата свинца

Пусть координаты изображения меченой точки "основного" блока на рентгенограмме будут (y_{ni}, z_{ni}) , а второго блока, - $(y_{n'l'}, z_{n'l'})$, $(i, l' = 1, 2, 3)$.

Используя уточненное значение расстояния кристалл-фото-пластинка X_0 и измеренные координаты, следуя [8], можно построить векторы $\vec{n}_i, \vec{n}_{l'}$ обоих блоков

$$\vec{n}_i = \frac{\vec{s}_i}{|\vec{s}_i|} (|\vec{s}_0| - |\vec{s}_i|), \quad (I)$$

где $|\vec{s}_0| = -X_0$, направление вектора \vec{s}_0 совпадает с первичным пучком, а \vec{s}_i - вектор в направлении дифракционной волны (см.рис.2). Эти векторы как отмечено в [8] параллельны векторам обратной решетки \vec{H}_i^* и $\vec{H}_{l'}^*$ исследуемых кристаллических блоков.

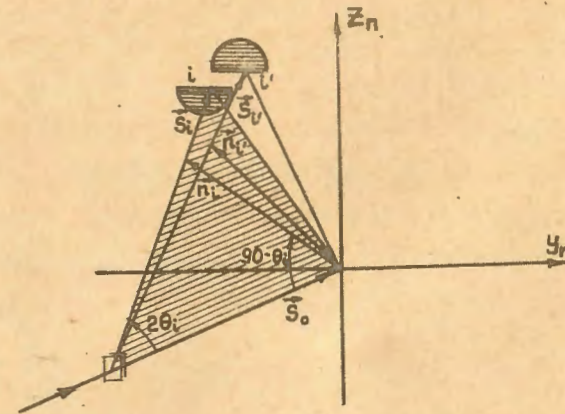


Рис.2 Схема построения вектора \vec{n}_i для двух блоков мозаики по их дифракционным изображениям

Ясно, что каждая тройка образует систему некопланарных векторов, причем углы между векторами первой тройки равны соответственным углам второй тройки векторов. Различие в модулях этих

векторов не играет роли, так как для решения поставленной задачи важно обнаружить различие именно в пространственной ориентации первой тройки векторов относительно второй. Для этого необходимо найти направление оси разориентации \vec{e} и величину поворота δ вокруг этой оси, который совмещает первую тройку векторов со второй. Соответствующая матрица преобразования определяется системой уравнений:

$$n_{ij} = \Omega_{jk} n_{ik}, \quad (2)$$

где $i, i' = 1, 2, 3$; $i, k = x, y, z$.

После решения системы (2) находим матрицу преобразования $\hat{\Omega}$. Собственный вектор \vec{e} этой матрицы с собственным значением, равным единице, является осью разориентации. Имея матрицу перехода $\hat{\Omega}$, можно легко найти угол поворота δ вокруг оси \vec{e} [9]. Алгоритм вычислений представлен ниже.

Экспериментальная проверка метода

Для проверки предложенной схемы расчета был изготовлен модельный двублочный кристалл кремния толщиной 0,3 мм с ориентацией [100] в направлении нормали к плоскости пластины. Образец подвергался механическому раскалыванию по плоскостям спайности {111}. Далее оба куска кристалла под микроскопом совмещались по плоскости скола и склеивались. Рентгеносъемка такого двублочного кристалла проводилась на синхротронном излучении ускорителя АРУС при токе 1 мА и конечной энергии ускорителя электронов 4,5 ГэВ. Дифракционную картину регистрировали на алмазных фотопластинках типа "МР". Образец предварительно изги-

бовался по лауэграммам "основного" блока, при расположении плоскости пластины перпендикулярно падающему пучку ([100] направлен вдоль оси X). После этого получена рентгенограмма от двублочной области. На рис.3 приведены фотоснимки шести рефлексов-топограмм, которые использовались для определения параметров разориентации блоков. Для измерения координат кристаллических блоков используется перекрестие на первичном пучке [7,8]. Измерения координат меченых точек проводились на измерительном микроскопе УИМ-23. Полученную рентгенограмму индцировали по методу [7] и для шести рефлексов "основного" блока проводили прецизионное уточнение ориентации "основного" блока и определяли точное значение расстояния кристалл-фото-пластинка $X_0 = 33,00$ мм. Индексы рефлексов и измеренные координаты приведены в табл. I

Таблица I

№	hkl	y_i	z_i	$y_{i'}$	$z_{i'}$
1	317	21,05	-27,91	19,99	-26,76
2	244	11,95	-35,61	11,32	-34,01
3	355	0,03	-34,69	0,04	-33,12
4	242	-11,61	-35,22	-11,25	-33,73
5	371	-30,67	-27,31	-19,86	-26,47
6	242	11,4	34,22	11,95	36,71

Используя уточненные значения параметров ориентации, расстояния X_0 , а также измеренные координаты меченых точек

кристаллических блоков, решались системы уравнений (2). После нахождения матрицы перехода вычисляются параметры разориентации:



Рис.3 Увеличенные фотокопии рефлексов топограмм двублочного модельного кристалла кремния, полученного на синхротронном излучении

направление оси разориентации $\vec{\ell}$ и угол поворота δ вокруг этой оси. Полученные результаты с использованием различных рефлексов приведены в табл.2 (номера рефлексов в наборе соответствуют их порядковым номерам в табл.1).

Таблица 2

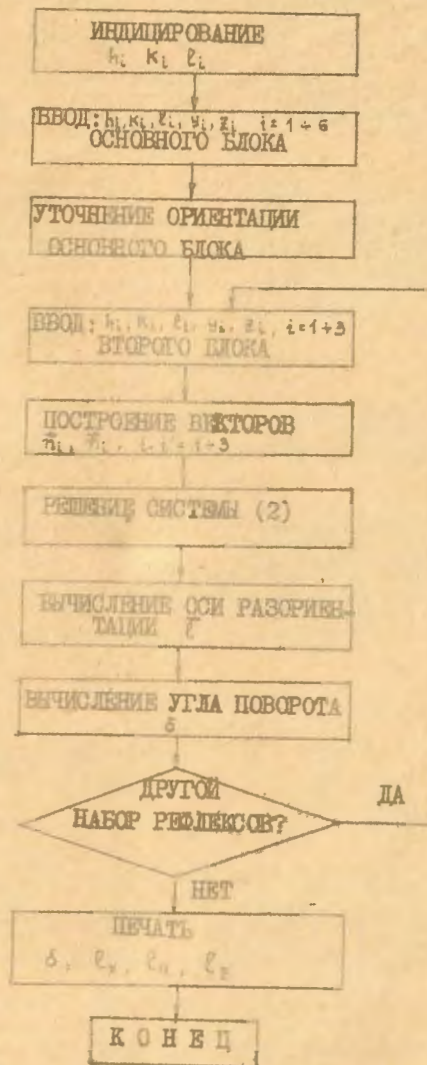
№	номер рефлексов в наборе	δ	ℓ_x	ℓ_y	ℓ_z
1	123	0,5123	0,1084	0,9886	0,1065
2	234	0,4940	0,1051	0,9892	0,1022
3	345	0,5021	0,1048	0,9901	0,0934
4	456	0,5036	0,1047	0,9889	0,1054
5	136	0,5118	0,1045	0,9892	0,1028

Полученные значения направления оси разориентации показывают, что ось $\vec{\ell}$ близка к кристаллографическому направлению $[01\bar{1}]$.

Заключение

Предложен новый метод определения параметров разориентации мозаичного кристалла при использовании непрерывного спектра почти параллельного синхротронного излучения, основанный на высокоточном способе определения ориентации отдельных блоков. Метод позволяет определять направление оси и величину угла разориентации кристаллических блоков, необязательно имеющих общие границы. Практически достигаемая точность определе-

ния угловых параметров разориентации порядка I угловой минуты.



Блок-схема алгоритма вычислений

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Schuz L. Trans. AIME 1954, vol.200, p.1082.
2. Arisov V.V., Shmytko I.M., Shulakov E.V. Application of the X-ray Divergent-Beam Technique for the Determination of the Angles between Crystal Bloks. I. Reflexion from the Planes Parallel to the Crystal Surface.- J.Appl. Crystal., 1974, vol.7, p.409-413.
3. Aristov V.V., Shylakov E.V. Determination of Angles between Bloks from the Topographs Obtained by the Schulz Method.- J.Appl.Cryst., 1975, vol.8, p.445-451.
4. Armstrong R.W., Boetinger W.J., Kuriyama M. Crystal Subgrain Misorientations Observed by X-ray Topography in Reflection.- J.Appl.Cryst., 1980, vol.13, p.417-424.
5. Kulda J., Polcarova M. Complete Determination of Subgrain Misorientation by an X-ray Topographic Method.- J.Appl. Cryst., 1981, vol.14, p.265-269.
6. Tanner B.K. Crystal Assessment by X-ray Topography Using Synchrotron Radiation.- Prog.Crystal Growth Charact., 1977, vol.1, p.23-56.
7. Абовян Э.С., Акопян Г.С., Безиргянян П.А. и др. Количественная обработка синхротронных топограмм с помощью ЭВМ. I Индицирование синхротронных топограмм. Препринт ЕВМ-743(58)-84, Ереван, 1984.
8. Абовян Э.С., Акопян Г.С., Безиргянян П.А. и др. Количественная обработка синхротронных топограмм с помощью ЭВМ.

П. Высокопрецизионное определение ориентации кристалла на синхротронном дифрактометре. Препринт ЕФИ-744(59)-84, Ереван, 1984.

9. Корн Г., Корн Т.. Справочник по математике. М.: Наука, 1978

Рукопись поступила 28 июня 1984 г.

Э.С.АБОВЯН, Г.М.АВЕТИСЯН, Г.С.АКОПЯН, П.А.БЕЗИРГАНЯН,
А.Г.ГРИГОРЯН, М.Л.ПЕТРОСЯН

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОБРАБОТКА СИНХРОТРОННЫХ ТОПОГРАММ С ПОМОЩЬЮ
ЭВМ. III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ РАЗОРИЕНТАЦИИ БЛОЧНОГО
КРИСТАЛЛА

Редактор Л.П.Мукаян
Технический редактор А.С.Абрамян

Подписано в печать 15/Х-84 ВФ-11937 Формат 60x84/16
Офсетная печать. Уч. изд. л. 1,0 Тираж 299 экз. Ц. 15 к,
Зак. тип. № 802 Индекс 3624

Отпечатано в Ереванском физическом институте
Ереван 36, Маркаряна 2