

УДК 548.733

К. В. АЛУМЯН, Р. И. БАГДАСАРЯН, П. А. БЕЗИРГАНЯН,
А. А. ДУРГАРЯН, Т. С. МНАЦАКАНЯН, Ф. О. ЭЙРАМДЖЯН

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ КРИСТАЛЛОВ РЕНТГЕНОВСКИМИ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ

В настоящей работе методы рентгеновского муара и маятниковых полос применены для определения модуля упругости хрупких и жестких материалов, каким является монокристаллический кремний. Модуль упругости определялся для бездислокационных и дислокационных кристаллов. Показано, что модуль упругости последних меньше и зависит от плотности дислокаций.

Как показывает анализ работ [1, 2], упругие постоянные кристаллов зависят от степени совершенства кристаллической решетки, в частности от того, существуют в кристалле дислокации или нет. Для жестких и хрупких материалов, какими являются Si, Ge и т. д., экспериментальное обнаружение изменения упругих констант кристаллов в зависимости от степени их совершенства сильно затруднено. Сложность такой задачи обусловлена трудностью измерения относительной деформации (ϵ) образцов. Для вышеуказанных материалов даже очень большие механические напряжения (σ), близкие к предельному значению ($\sigma_{\text{пред}}$), вызывают незначительные деформации. Чтобы обнаружить такие малые деформации необходимы особо чувствительные методы. Таковыми являются методы, основанные на эффектах динамического рассеяния рентгеновских лучей. Нами была поставлена задача экспериментально определить статический модуль упругости в локальных областях как бездислокационных кристаллов, так и кристаллов, содержащих 60° дислокации. Для этого были использованы метод маятниковых полос, имеющий чувствительность к относительным деформациям порядка 10^{-5} — 10^{-6} , и метод рентгеновского муара чувствительностью 10^{-7} — 10^{-8} .

1. Применение метода маятниковых полос для определения модуля упругости кристаллов

Из бездислокационного монокристалла Si была изготовлена монокристаллическая система клин—плоскопараллельная пластина (входная поверхность клина параллельна поверхностям плоскопараллельного блока) по схеме Харта—Милна [3] с отражающими плоскостями (220) (рис. 1). Преломляющий угол клина 1° . Клин у основания имел толщину 490 мкм, а плоскопараллельный кристалл—5000 мкм (толщины измерены с точностью 1 мкм). Рентгенограммы получены излучением

MoK_α. У основания клина были сделаны два горизонтальных прореза с целью освобождения части этой пластинки от основания интерферометра. Рентгеновские лучи падали на клин под углом Брэгга к отражающим плоскостям ($\bar{2}\bar{2}0$), дифрагировались и падали на плоско-параллельную пластинку (рис. 1), после чего в дифрагированных волнах получались маятниковые V-образные полосы (МП). На полученных топограммах вершины МП были расположены на центральной линии дважды дифрагированного пучка (были использованы фотопластинки для ядерных исследований типа МР с размерами зерен 0,3 мкм). Положения вершин МП относительно краев рефлекса определялись с помощью микрофотометра МД-100, разрешающая способность которого фактически ограничивается разрешением применяемых фотопластинок. Сравнение секционных рентгенограмм, полученных от разных областей интерферометра, показывает отсутствие смещений вершин МП от их ожидаемого положения (центра пучка). Это означает, что ротации и дилатации между блоками отсутствуют [4].

К противоположным боковым поверхностям ($\bar{2}\bar{2}0$) клина прижимались две плоские отшлифованные пластинки (рис. 1), одна из которых была закреплена на конце отградуированной пружины. Таким образом клин подвергался статическому одноосному сжимающему механическому напряжению вдоль направления $[1\bar{1}0]$. Держа клинообразный блок в состоянии сжатия, на фотопластинке повторно снимались рентгенограммы. В этом случае вершины МП были смещены по ширине пучка. С помощью микрофотометрических измерений следов дифрагированных лучей на фотопластинке были определены смещения (Δl) вершин МП от первоначальных (до деформации) положений. Используя результаты работ [4—6], по измеренным значениям Δl были вычислены относительные деформации $\epsilon = \Delta d/d$ (d —межплоскостное расстояние отражающих плоскостей) при значении $\sigma = 3,16 \cdot 10^3$ Н/м² (σ —вычислялось с точностью 0,5%). По вычисленному значению ϵ был определен модуль упругости по формуле $E = \sigma/\Delta d/d$, для которого получено следующее значение: $E = 16,75 \cdot 10^{10}$ Н/м². Значение E близко к значению, определяемому теоретически по формуле, приведенной в работе [5]:

$$E_{\text{теор}} = S_{11} - (2S_{12} - S_{44})(k^2 l^2 + l^2 h^2 + h^2 k^2) / (h^2 + k^2 + l^2),$$

где S_{ij} —коэффициенты упругой податливости, h, k, l —индексы Миллера. Подставляя в формулу значения S_{11}, S_{12}, S_{44} , взятые из работы [6], и значения h, k, l для кристаллографического направления $[1\bar{1}0]$ (ось, вдоль которой в экспериментах приложены сжимающие напряжения) получим $E = 16,92 \cdot 10^{10}$ Н/м².

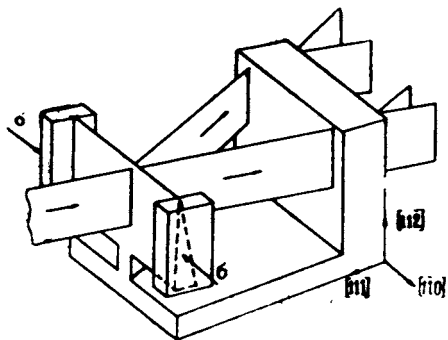


Рис. 1.

Далее, в клинообразный блок были введены дислокации, что осуществлялось по методике, разработанной в работе [7] и примененной к многооблочным системам в [8]. На входной поверхности клина в направлении $[1\bar{1}0]$ алмазной иглой была нанесена царапина. Двухоблочную систему погружали в печи, и с помощью четырехточечного изгиба при температуре 650°C клин подвергался механической нагрузке $2 \cdot 10^7$ Н/м² в течение 1,5 ч. После введения дислокаций (с плотностью порядка 10^3 см⁻²) от той же области системы вновь снимались

секционные рентгенограммы (рис. 2а). Из рис. 2а видно, что вершины МП смещены от своих первоначальных положений—это обусловлено

наличием дислокаций в кристалле. Клиновидный блок вновь подвергался тому же сжимающему напряжению, что и до введения дислокаций. В течение съемки клин находился под действием постоянного сжимающего напряжения. На рис. 26 приведены полученные в этом случае картины МП. Далее проводилось сравнение МП, полученных от данной заранее выделенной области кристалла. Из рис. 26 видно, что вершины МП смещены относительно первоначальных (для клина, содержащего дислокации, но не подвергнутого сжатию) положений. Измеряя смещение Δl , по найденному значению ϵ вычисляли модуль упругости. Было получено значение $15,65 \cdot 10^{10} \text{ Н/м}^2$, что на 6,9% меньше значения, полученного для бездислокационного кристалла.

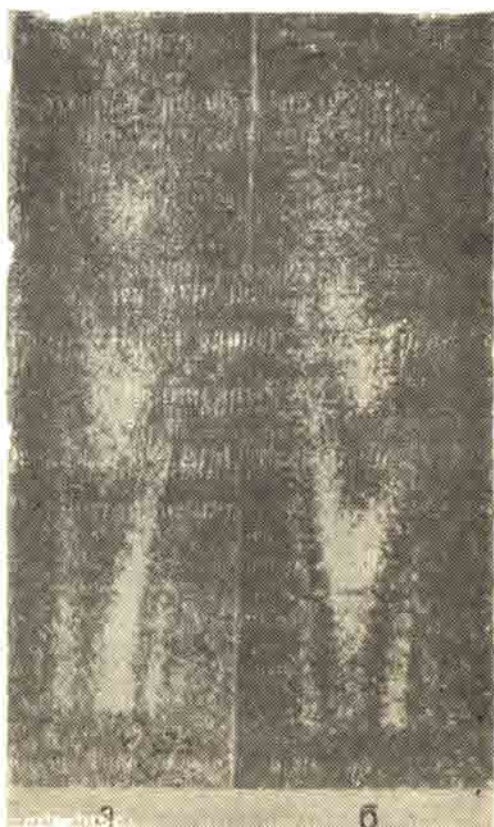


Рис. 2.

2. Применение метода рентгеновского муара для определения модуля упругости кристаллов

Эксперименты для определения модуля упругости бездислокационных и содержащих дислокации кристаллов проводились и на трехблочном рентгеновском интерферометре по Лауэ. Из бездислокационного монокристалла Si был изготовлен трехблочный интерферометр для излучения MoK_α . Толщина каждого блока удовлетворяла условию $dt \sim 8$ (μ —линейный коэффициент поглощения рентгеновских лучей, t —толщина блока). Ориентации поверхностей интерферометра такие же, как в случае двухблочной системы. У основания первого блока (блок-расщепитель), с которым в дальнейшем будут проводиться опыты, была сделана вертикальная шейка аналогично случаю, приведенному на рис. 1. Сканированием снималась муаровая картина от определенной области интерферометра, и в дальнейших опытах муаровые полосы снимались только в пределах этой области. Из микрофотометрических измерений определялся горизонтальный период повторения муаровых полос (L_1), обусловленный дилатационными нарушениями (Δd). Блок-расщепитель подвергался одноосному механическому растягивающему напряжению, и в течение всего времени съемки первый блок находился в таком деформированном состоянии. На полученной муаровой картине вновь измерялся период дилатационного муара (L_2). По измеренным значениям L_1 и L_2 вычислялись Δd_1 и Δd_2 [9]:

$$\Delta d_1 = d^2 L_1, \quad \Delta d_2 = d^2 / L_2.$$

По их значениям вычислялись $\Delta d = \Delta d_2 - \Delta d_1$ и относительная деформация. Значение внешнего механического напряжения такое же, что и

В случае двухблочной системы. Значение модуля упругости вычислено по формуле $E = \sigma/\epsilon$. Было получено следующее значение $= 16,80 \cdot 10^{10} \text{ Н/м}^2$.



Рис. 3.

После этих опытов в блоке-расщепителе зарождались с плотностью порядка $\sim 10^4 \text{ см}^{-2}$. Муаровые картины с интерферометра, в первом блоке которого содержались дислокации (рис. 3а). Когда на этот блок начинала действовать сила, вызывавшая деформацию растяжения, то, как видно из рис. 3б, период муаровых картинок менялся. По изменению периода муаровых картинок определялась зависимость значения модуля упругости: $E = 15,31 \cdot 10^{10} \text{ Н/м}^2$. Для кристалла, содержащего дислокации, значение E уменьшилось на 9,7

Обсуждение результатов

Эффект уменьшения модуля упругости кристаллов, содержащих дислокации, исследовался авторами работ [2, 6].

Под действием небольших напряжений дислокация длиной l может передвигаться на малое расстояние y . Из-за малых перемещений возникает дополнительная деформация, определяемая выражением $\epsilon_d = by$, где b — вектор дислокации. Эта деформация обусловлена только дислокацией и называется дислокационной деформацией. Следовательно, механическое напряжение приводит к некоторому перемещению дислокации, что создает дислокационный вклад ϵ_d в деформацию помимо чисто упругой деформации. Это означает, что в кристаллах с дислокациями материал становится мягче, т. е. модуль упругости уменьшается. Поэтому определенные из описанных экспериментов деформации ϵ (в случае, когда один кристаллический блок держал дислокации) состоят из упругой $\epsilon_{\text{упр}}$ и дислокационной

$\varepsilon = \varepsilon_{\text{упр.}} + \varepsilon_d$. Присутствие дополнительной деформации ε_d приводит к уменьшению значения E после зарождения дислокаций в кристалле. В случае же отсутствия дислокаций ($\varepsilon_d = 0$) определенные из экспериментов значения деформаций фактически представляют $\varepsilon_{\text{упр.}}$. Поэтому вычисленная по экспериментальным значениям $\varepsilon_{\text{упр.}}$ величина E очень близка к теоретически вычисленному значению.

Вызванное дислокационной деформацией изменение ε , а следовательно, и E , — очень малая величина и зависит от плотности дислокаций. Если при плотности дислокаций $\sim 10^3 \text{ см}^{-2}$ изменение модуля упругости составляет 6,9%, то при плотности 10^4 см^{-2} — уже 9,7%. Это показывает, что с увеличением плотности «свежих» дислокаций модуль упругости той области кристалла, от которой получены маятниковые полосу и муаровые картины, уменьшается.

Таким образом, методы рентгеновского муара и маятниковых полос можно использовать для определения статического модуля упругости локальных областей кристаллов.

Проблемная лаборатория ФТТ

Поступили 1.06.1988

Ա մ փ ո փ ու մ

Աշխատանքում անսոգենյան մուարի և ճոճանակային շերտերի մեթոդների օգնությամբ որոշված է առաձգականության մոդուլը դիսլոկացիոն և ոչ դիսլոկացիոն Si միաբյուրեղների լոկալ տիրույթների համար: Ցույց է տրրված, որ առաձգականության մոդուլը դիսլոկացիա պարունակող բյուրեղների համար ավելի փոքր է և կախված է դիսլոկացիաների խտությունից:

S u m m a r y

In the paper the results of defining of elasticity modulus for local regions of dislocational and nondislocational Si monocrystals by means of X-ray Moire and Pandelösung Fringes methods are presented. It is shown that for the crystals, having dislocations, the elasticity modulus is smaller and depends on the density of dislocations.