

PACS numbers: 07.85.Jy, 61.05.C-, 61.05.cf, 61.05.cp, 61.72.Dd, 61.72.J-, 81.70.Ex

Физическая природа и новые возможности использования эффектов асимметрии азимутальной зависимости полной интегральной интенсивности динамической дифракции для диагностики кристаллов с нарушенным поверхностным слоем и дефектами

В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, Е. И. Богданов, С. И. Олиховский,
С. В. Дмитриев, Н. Г. Толмачев, В. В. Лизунов, Я. В. Василик,
А. Г. Карпов, О. Г. Войток

**Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03142 Киев, Украина*

Обсуждаются результаты обнаружения и раскрытия физической природы нового эффекта асимметрии азимутальной зависимости полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД) рентгеновских лучей за счёт не нарушенной поверхности слоя (НПС), что описано авторами в предыдущей работе, а крупных дефектов (созмеримых с длиной экстинкции рентгеновских лучей). Такой новый эффект асимметрии обусловлен уменьшением диффузной составляющей ПИИДД за счёт полного в области брэгговского пика отражения этой составляющей, относительный вклад которого увеличивается с ростом размера дефектов. При этом такая асимметрия оказалась имеющей противоположный знак в сравнении с вызванной НПС, что принципиально улучшает диагностические функциональные возможности при совместном использовании этих эффектов. Обсуждаются также результаты создания на основе обнаруженных двух эффектов асимметрии метода многопараметрической диагностики одновременно и толщины НПС, и характеристик дефектов без ограничений на их размеры и количество их типов.

Обговорюються результати виявлення та розкриття фізичної природи нового ефекту асиметрії азимутальної залежності повної інтегральної інтенсивності динамічної дифракції (ПІІДД) Рентгенових променів за рахунок не порушеного поверхневого шару (НПС), що описано авторами в попередній роботі, а великих дефектів (сумірних із довжиною екстинкції Рентгенових променів). Такий новий ефект асиметрії зумовлено зменшенням дифузної складової ПІІДД за рахунок повного в об-

ласті Брегґового піку відбивання цієї складової, відносний внесок якого збільшується зі зростанням розміру дефектів. При цьому така асиметрія, як виявилось, має протилежний знак у порівнянні з викликаною ППШ, що принципово поліпшує діагностичні функціональні можливості при спільному використанні цих ефектів. Обговорюються також результати створення на основі виявлених двох ефектів асиметрії методи багатопараметричної діагностики одночасно і товщини ППШ, і характеристик дефектів без обмежень на їх розміри та кількість їх типів.

We discuss results of detection and discovery of the physical nature of a new effect of azimuthal dependence asymmetry of the total integrated intensity of dynamical diffraction (TIIDD) of X-rays not due to the disturbed surface layer (DSL) that was described in a previous work of authors, but due to the large defects (commensurable with extinction length of X-ray). Such a new asymmetry effect is caused by decreasing of TIIDD diffusion component due to its total reflection (in the region of the Bragg peak), relative contribution of which increases with growth of the defect sizes. Such asymmetry has an opposite sign in comparison with one caused by the DSL that essentially improves the diagnostic functional possibilities at a joint using of these effects. We also discuss results of creation of the multiparameter diagnostics method (based on the two revealed asymmetry effects) for determination simultaneously of both the DSL thickness and the defects' characteristics without restrictions on their sizes and on number of their types.

Ключевые слова: рентгеновские лучи, полная интегральная интенсивность, динамическая дифракция, нарушенный поверхностный слой, крупные дефекты, асимметрия азимутальной зависимости.

Ключові слова: Рентгенові промені, повна інтегральна інтенсивність, динамічна дифракція, порушений поверхневий шар, великі дефекти, асиметрія азимутальної залежності.

Keywords: X-ray, total integrated intensity, dynamical diffraction, disturbed surface layer, large microdefects, asymmetry of azimuthal dependence.

(Получено 28 февраля 2017 г.; окончательный вариант — 27 марта 2017 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Как показано в работах [1–3], подгонка теоретически рассчитанных значений полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД) к экспериментально полученным значениям ПИИДД для монокристаллов, содержащих однородно распределённые дефекты (ОРД), позволяет определить только эффективную объёмную долю ОРД. Для определения среднего радиуса R_0 и концентрации c ОРД требуется дополнительное измерение толщинных $R_i(t)$, (где t — толщина монокристаллического образ-

ца) или спектральных $R_i(\lambda)$ (где λ — длина волны излучения) зависимостей ПИИДД в геометрии Лауэ [2, 3]. Это усложняет процесс диагностики монокристаллов, делая его нетехнологичным. Для неразрушающей диагностики особенно крупных дефектов необходимо создание новых методов в рамках динамической теории, в частности, основанных на измерении азимутальной зависимости (АЗ) ПИИДД рентгеновских лучей (РЛ), наиболее чувствительной в геометрии Брэгга [4–7] и к характеристикам нарушенного поверхностного слоя (НПС). Освещению этой проблемы и посвящена настоящая работа.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБНАРУЖЕНИЕ ЭФФЕКТА АСИММЕТРИИ АЗИМУТАЛЬНОЙ ЗАВИСИМОСТИ НОРМИРОВАННОЙ НА ИДЕАЛЬНЫЙ КРИСТАЛЛ ПИИДД РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА ДЛЯ КРИСТАЛЛОВ С ДЕФЕКТАМИ

На рисунке 1 маркерами представлена впервые экспериментально полученная в работах [5, 6] асимметричная АЗ ПИИДД монокристаллического кремния, нормированная на АЗ ИИДД идеального кристалла.

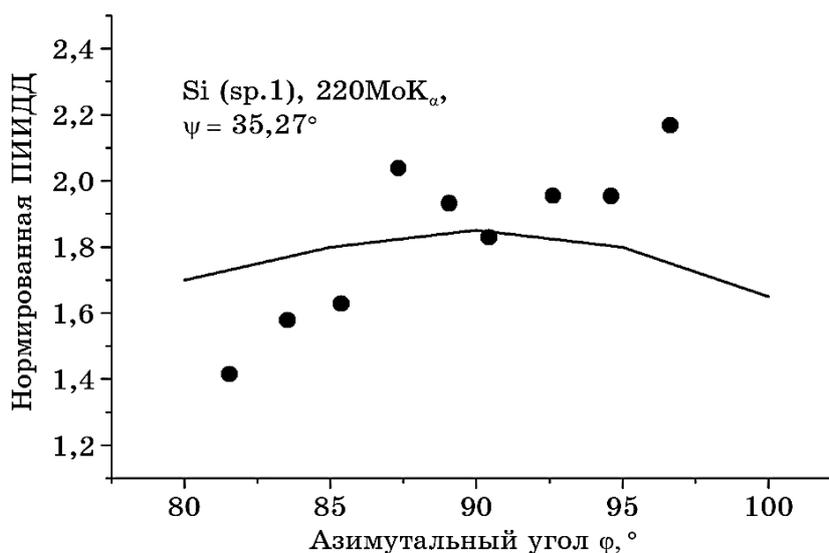


Рис. 1. Экспериментально полученная нормированная АЗ ПИИДД РЛ (●) и рассчитанная в рамках существовавшей теоретической модели (сплошная линия) для кристаллов с дефектами, размеры которых сравнимы с длиной экстинкции рентгеновских лучей, нормированная АЗ ПИИДД.¹

Рассчитанная АЗ, найденная в рамках модели [7], которая была разработана для учёта характеристик мелких дефектов, средний размер которых ($R_0 = 0,02$ мкм) намного меньше длины экстинкции Λ ($R_0 \ll \Lambda$; для отражения Si(220) и излучения MoK_α $\Lambda = 6,91$ мкм), имеет симметричный вид. Однако сравнение экспериментально измеренных АЗ ПИИДД для кристаллов с дефектами, средний размер которых может быть равным или большим длины экстинкции РЛ, с АЗ, рассчитанным по модели [7], показало их несоответствие, состоящее главным образом в том, что используемая модель не описывает экспериментально наблюдаемый эффект асимметрии при любых параметрах дефектов. Поэтому, расчётная модель в [7] для кристаллов с большими по сравнению с длиной экстинкции дефектами ($R_0 \geq \Lambda$) требует новых обобщений, которые позволили бы описывать в рамках динамической теории рассеяния РЛ экспериментально обнаруженную асимметрию АЗ ПИИДД.

3. УСТАНОВЛЕНИЕ ФИЗИЧЕСКОЙ ПРИРОДЫ СВЯЗАННОГО С УВЕЛИЧЕНИЕМ РАЗМЕРОВ ДЕФЕКТОВ ПОЯВЛЕНИЯ ЭФФЕКТА АСИММЕТРИИ АЗ ПИИДД

Для описания неоднородной структуры монокристалла после обработки и дифракции на ней РЛ используем представленную на рис. 2 трёхслойную модель [7], учитывающую наличие НПС и дефектов в динамически рассеивающем объёме.

Из рисунка 2 видно, что в случае трёхслойной модели рентгеновские лучи, проходя с поглощением, но без дифракции сильно нарушенный (аморфный) слой и кинематически рассеивающий слой, ослабевают на величину, которая определяется выражением $I = I_0 e^{-[\mu_0(t_{am} + t_{ksl}) + \mu_{ks}t_{ksl}]}$, где I_0 — исходная интенсивность излучения, μ_0 — коэффициент фотоэлектрического поглощения кристалла, $t_{am} + t_{ksl}$ — сумма толщин сильно нарушенного и кинематически рассеивающего слоёв кристалла, μ_{ks} — коэффициент экстинкции за счёт кинематического рассеяния.

При попадании рентгеновских лучей в динамически рассеивающий объём в кристалле формируется волновое поле, в котором можно выделить две сильные волны — проходящую и дифрагированную. Если в кристалле отсутствуют дефекты, то проходящие лучи, идущие в области брэгговского отражения, полностью отражаются в дифрагированный луч на глубине экстинкции рентгеновских лучей. Проходящие вне области отражения лучи только поглощаются и проходят до глубины абсорбции и глубже.

При наличии дефектов в динамически рассеивающем объёме кристалла появляется диффузное рассеяние от проходящих во всей области падения лучей. При этом следует учесть, что глубина

абсорбции рентгеновских лучей l_{abs} намного больше длины экстинкции ($l_{\text{abs}} \gg \Lambda$), и диффузные отражения формируются на всей этой глубине абсорбции и при всех отклонениях падающих лучей от точных брэгговских направлений на углы вплоть до $\approx 1/R_0$.

Брэгговское рассеяние в таких кристаллах формируется только на глубине экстинкции и в угловом интервале $\approx 1/\Lambda$, а диффузное — на глубине абсорбции и в угловом интервале $\approx 1/R_0$.

Угловые распределения брэгговского и диффузного рассеяний представлены на рис. 3 для случаев крупных (а) и мелких (б) дефектов. Дифрагированные диффузные лучи при выходе из глубин вплоть до глубины абсорбции, попадающие под углом, близким к углу Брэгга, на периодические «в среднем» дифракционные плоскости кристалла, претерпевают полное отражение об-

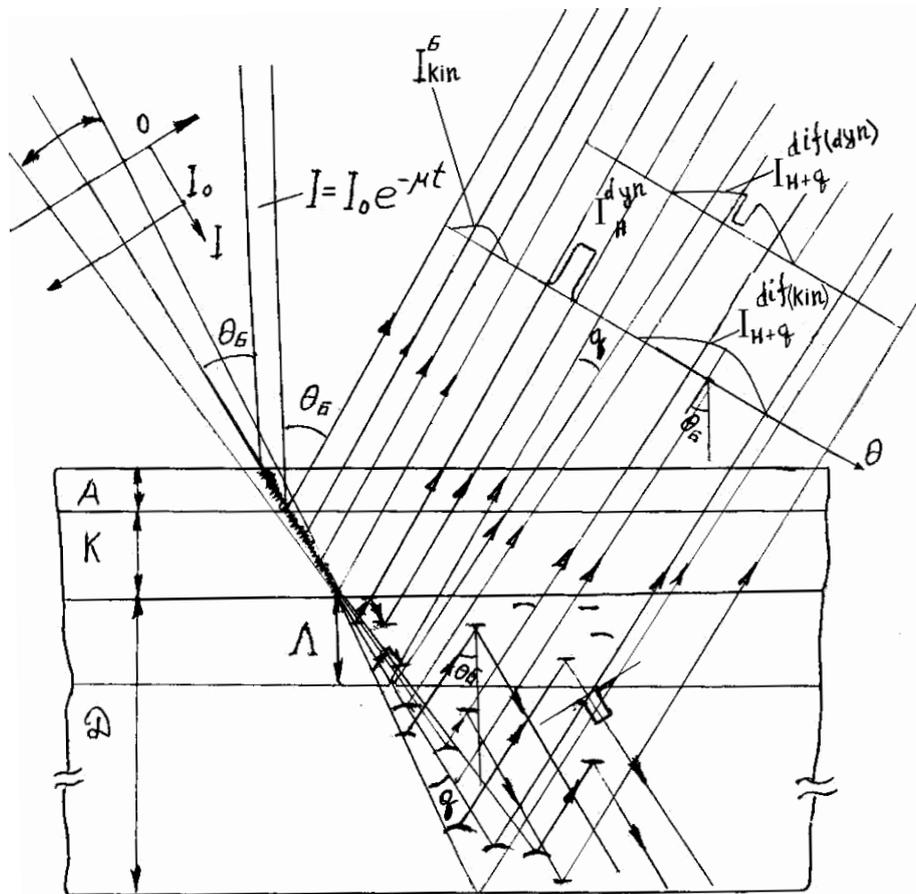


Рис. 2. Схема трёхслойной модели динамической дифракции в неоднородных системах при наличии дефектов в динамически рассеивающем объёме.²

ратно в проходящий луч, что приводит к обнулению интенсивности дифрагированного диффузного луча (экстинкционный провал) в угловой области Брэгг-дифракции (см. рис. 3).

Когда в кристалле присутствуют дефекты малых размеров ($R_0 \ll \Lambda$), диффузное Хуаневское $1/q^2$ рассеяние [7–11] от таких дефектов имеет значительно более широкое угловое распределение, чем когерентный динамический пик (рис. 3, б).

При рассеянии на смещениях вблизи дефекта диффузное рассеяние попадает в ещё более далёкую, чем Хуаневская, область Стокса–Вильсона, где интенсивность спадает по закону $\propto 1/q^4$ [8]. Следовательно, лишь для незначительной части диффузных волн направления распространения не сильно отличаются от направления, соответствующего точному выполнению условия Вульфа–Брэгга, что позволяет им принимать участие в динамических дифракционных процессах.

Пренебрежение вкладом таких волн в случае дефектов с $R_0 \ll \Lambda$

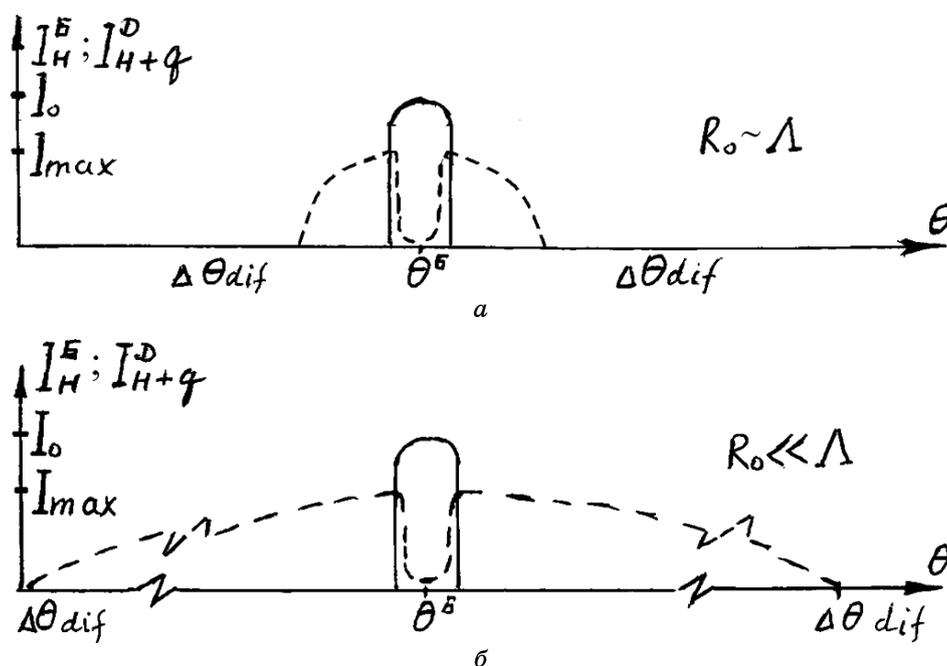


Рис. 3. Угловое распределение когерентной и диффузной составляющих интенсивности рассеяния РЛ динамически рассеивающим объёмом кристалла для дефектов (а) больших ($R_0 \approx \Lambda$) и (б) малых ($R_0 \ll \Lambda$) размеров. Здесь I_{N+q}^D — интенсивность динамического диффузного рассеяния, I_{max} — максимальная интенсивность диффузно рассеянных рентгеновских лучей, I_N^B — интенсивность динамически дифрагированных брэгговских лучей в области Брэгг-дифракции.³

не приводит к большой ошибке в описании интегральной интенсивности рассеяния, а также коэффициентов экстинкции за счёт рассеяния на дефектах, и в таком случае можно учитывать лишь однократно рассеянные диффузные волны при определении АЗ ПИИДД, что соответствует кинематическому приближению для диффузного рассеяния.

На рисунке 3, б изображены кривые отражения для брэгговской и для диффузной составляющих кристалла с мелкими дефектами. Площади под кривыми отражения соответствуют вкладам когерентной и диффузной составляющих ПИИДД РЛ соответственно.

Диффузное рассеяние эффективно некогерентное из-за случайного распределения дефектов и в рассматриваемом случае пренебрежения вкладом динамической области описывается формулами в рамках кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей. Площадь под кривой диффузного отражения зависит от концентрации дефектов и может быть значительной, как при наличии в кристалле мелких, так и крупных дефектов.

Как известно, согласно соотношениям, полученным по формулам Гейзенберга и де Бройля (1) [12], ширина кривой отражения определяется неопределённостью волнового вектора, который находится из неопределённости координаты по формулам:

$$\Delta x_i \Delta p_i = \hbar, \Delta \mathbf{p} = \Delta \mathbf{k} \hbar, \quad (1)$$

$$\Delta x_i \Delta k_i = 1, \quad (2)$$

где $\mathbf{x} = (x_1, x_2, x_3)$ — пространственная координата, $\mathbf{p} = (p_1, p_2, p_3)$ — импульс, $\hbar = h/2\pi$, h — постоянная Планка, $\mathbf{k} = (k_1, k_2, k_3)$ — волновой вектор.

В случае дифракции по Брэггу ширина кривой отражения пропорциональна $\Delta \mathbf{k}$

$$\Delta \mathbf{k} = \mathbf{k} \Delta \theta, \quad (3)$$

где $\Delta \theta$ — отклонения от угла Брэгга.

Из уравнений (1)–(3) следует, что ширина кривой отражения для диффузного рассеяния определяется как

$$2\Delta \theta_{\text{dif}} \propto |\Delta \mathbf{k}_{\text{dif}}| = 1/|\Delta \mathbf{x}| = 1/R_0, \quad (4)$$

а для динамического брэгговского рассеяния —

$$2\Delta \theta_{\text{dyn}} \propto |\Delta \mathbf{k}_{\text{dyn}}| = 1/\Lambda. \quad (5)$$

Когда же диффузная волна идёт под углом близким к Брэггов-

скому по отношению к периодическим отражающим плоскостям, то она по закону Фриделя отражается под углом Брэгга в проходящую волну. При этом образуется стоячая волна. Диффузное рассеяние вблизи брэгговского пика описывается блоховской функцией (диффузная волна уже не бегущая, а стоячая Блоховская, т.е. волна с периодической амплитудой рассеяния). В таком рассеянии наблюдается динамический эффект экстинкции: на кривой диффузного отражения образуется провал (рис. 3). Теоретически его образование предсказали В. Б. Молодкин и С. И. Олиховский, экспериментально наблюдали Безирганян, Кютт, Ратников и др. Провал в геометрии Лауэ должен быть до половины высоты диффузного пика, в геометрии Брэгга — до нуля.

Те диффузные волны, которые сильно отклоняются от угла Брэгга, не испытывают эффектов динамического рассеяния (остаются плоскими кинематическими волнами).

При нахождении полной интегральной интенсивности интегральная брэгговская составляющая интенсивности в случае кристалла с дефектами остаётся практически неизменной, её интерференции с диффузной составляющей нет, поскольку дефекты распределены в объёме случайным образом, а интенсивность диффузного рассеяния получается при усреднении по ним и диффузное рассеяние эффективно не когерентно (среднее от амплитуды равно нулю и всякая интерференция отсутствует).

Динамический характер диффузного рассеяния проявляется в узкой области. Для мелких дефектов ($R_0 \ll \Lambda$) эта область составляет намного меньше 0,1 от интеграла по основной кинематической области и её вкладом в ПИИДД можно пренебречь. При этом АЗ нормированной ПИИДД всегда симметрична.

Из рисунка 3 также видно, что при достаточно большой концентрации мелких дефектов, средний радиус которых намного меньше длины экстинкции рентгеновских лучей ($R_0 \ll \Lambda$), площадь под кривой отражения, т.е. интегральная интенсивность динамической дифракции диффузного рассеяния, большая и может превышать интегральную интенсивность динамической дифракции когерентной составляющей (эффект аномального вклада диффузной составляющей). В этом случае интегральная интенсивность динамической дифракции диффузного рассеяния распределена в большом или малом в зависимости от размеров дефектов угловом интервале.

При большом угловом интервале распределения диффузной составляющей вклад в её интегральную интенсивность динамической области пренебрежимо мал, и заметить его экспериментально невозможно. Асимметрия АЗ ПИИДД появляется из-за возникающей дополнительной АЗ за счёт вклада динамических эффектов диффузного рассеяния в его интегральную интенсивность, ко-

торый становится заметным при увеличении радиуса дефектов.

Поэтому АЗ ПИИДД РЛ для мелких однородно распределённых дефектов, средний радиус которых намного меньше длины экстинкции рентгеновских лучей ($R_0 \ll \Lambda$), всегда будут симметричными.

При этом, с приближением среднего размера дефектов в облучаемом РЛ динамически рассеивающем объёме кристалла и/или толщины НПС к длине экстинкции ($R_0 \rightarrow \Lambda$) был экспериментально обнаружен эффект асимметрии АЗ ПИИДД относительно значения $\varphi = 90^\circ$. Установлено, что асимметрия, обусловленная наличием больших дефектов, имеет противоположный знак по сравнению со случаем асимметрии, обусловленной НПС. А именно, максимум АЗ ПИИДД, наблюдаемый обычно при $\varphi = 90^\circ$, с увеличением толщины НПС смещается в сторону меньших азимутальных углов, а с увеличением размеров дефектов — в сторону больших углов. Анализ природы эффекта асимметрии, связанного с крупными дефектами (рис. 1) и не описывающегося моделью, представленной в [7], показал, что его физическая природа совершенно отличается от случая НПС.

Последовательное теоретическое рассмотрение интегральных интенсивностей Брэгг-дифракции в монокристаллах с однородно распределёнными дефектами (ОРД) выполнено в работах [13–20, 24–31]. Было получено аналитическое выражение для ПИИДД через дифракционные параметры структурного совершенства монокристалла, а именно, фактор Кривоглаза (e^{-L}) [21–23] и введённые в работах [14, 17–20] интегральные коэффициенты эффективного поглощения когерентной (μ_{ds}^0) и диффузной (μ^*) компонент ПИИДД. Также была получена аналитическая связь этих параметров с характеристиками ОРД: средним радиусом и концентрацией.

Следует отметить, что при изучении АЗ ПИИДД динамически рассеивающих монокристаллов, содержащих ОРД, средние размеры которых намного меньше длины экстинкции РЛ ($R_0 \ll \Lambda$), наблюдается уменьшение чувствительности $\rho(\varphi)$ к ОРД, симметрично относительно $\varphi = 90^\circ$. Тогда, согласно [13, 14, 20], в случае произвольной (асимметричной) геометрии дифракции по Брэггу выражение для ПИИДД, объединяющее предельные случаи тонкого ($\mu_0 l \ll 1$, l — длина хода луча в кристалле) и толстого ($\mu_0 l \gg 1$) кристаллов, имеет вид:

$$R_i = R_i^{\text{dyn}} PE + R_{\text{IP}}^K \Pi(1 - E^2), \quad (6)$$

$R_i^{\text{dyn}} = (16/3\pi)CQ\Lambda/\gamma_0$, $R_{\text{IP}}^K = C^2Qt/\gamma_0$ — ПИИДД идеально мозаичного кристалла, $Q = (\pi|\chi_{\text{Hr}}|)^2/\lambda \sin(2\theta_{\text{B}})$,

$$\Pi = \begin{cases} 1/[2(\mu_0 + \mu^*)t/\gamma] & \text{при } \mu_0 t \gg 1, \\ 1/[1 + (\mu_0 + \mu^*)t/\gamma] & \text{при } \mu_0 t < 1, t \gg \Lambda, \end{cases} \quad (7)$$

здесь

$$\frac{1}{\gamma} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{\gamma_0} + \frac{1}{|\gamma_H|} \right), \quad \Lambda_B = \Lambda / (2\pi) = \frac{\lambda \sqrt{\gamma_0 |\gamma_H|}}{2\pi C |\chi_{Hr}|},$$

$$P \cong 1 - 3\pi s/4 \text{ при } s \ll 1, \quad \gamma_H = -\cos \theta_B \sin \psi \sin \varphi - \sin \theta_B \cos \psi, \\ \gamma_0 = -\cos \theta_B \sin \psi \sin \varphi + \sin \theta_B \cos \psi, \quad s = (\mu_0 + \mu_{ds}^0) \Lambda E / (\gamma C),$$

где θ_B — угол Брэгга, φ — азимутальный угол, ψ — угол между отражающими плоскостями и поверхностью кристалла, C — поляризационный множитель, χ_{Hr} — вещественная часть Фурье-компоненты поляризуемости кристалла. Коэффициенты эффективного поглощения μ_{ds}^0 и μ^* описываются приближёнными выражениями [18–20] (при выполнении условий $\mu_{ds}^0 \ll \mu_0$ и $R_0 \ll \Lambda$):

$$\mu_{ds}^0 = cE^2 C^2 m_0 B, \quad (8)$$

при этом

$$m_0 = \frac{\pi v_c H^2 |\chi_{Hr}|^2}{4\lambda^2}, \quad B = b_1 + b_2 \ln \left(\frac{e}{r_0^2} \right), \quad b_1 = B_1 + \frac{B_2}{3}, \quad b_2 = B_1 + \frac{B_2}{2} \cos^2 \theta_B,$$

где $r_0 = R_0/\Lambda$, H — модуль вектора дифракции, e — основание натурального логарифма и предполагается, что $r_0 < 1$. Для сферических кластеров $B_1 = 0$, $B_2 = (4\pi A_{cl}/v_c)^2$, $A_{cl} = \Gamma \varepsilon R_0^3$ — мощность кластера, ε — относительная деформация на границе кластера, $\Gamma = (1 + \nu)/[3(1 - \nu)]$, v_c — объём элементарной ячейки, ν — коэффициент Пуассона.

Если $\mu_{ds}^0 \ll \mu_0$ и $r_0 \ll 1$, справедливо приближённое соотношение:

$$\mu^* = \mu_{ds}^0 f_\mu(r_0), \quad f_\mu(r_0) = \frac{(4 + r_0 \ln r_0 - 2r_0)}{(5 - 6 \ln r_0)}. \quad (9)$$

Связь показателя статического фактора Дебая–Валлера $L = -\ln E$ с характеристиками дефектов для сферических кластеров описывается следующими выражениями [20]:

$$L \approx 0,5 c n_0 \eta^2 (1 - \eta^2/100) \text{ при } \eta^2 \ll 10; \quad (10a)$$

$$L \approx c n_0 \eta^{3/2} \text{ при } \eta^2 \gg 10, \quad (10б)$$

где $n_0 = (4/3)\pi R_0^3/v_c$ — количество элементарных ячеек матрицы, замещаемых кластером, $\eta = \alpha_0 n_0^{1/3} h$, $\alpha_0 = \Gamma \varepsilon (6\pi^2/v_0)^{1/3}$, v_0 — количество атомов в кубической ячейке матрицы, $h = Ha/(2\pi)$, а a — постоянная решётки.

На рисунке 4 изображены АЗ нормализованных ПИИДД ($\rho(\varphi)$) реальных динамически рассеивающих монокристаллов с ОРД, когда $R_0 \ll \Lambda$, рассчитанные с использованием выражений (7)–(10). При использовании отражений по Брэггу информацию о дефектах несёт практически только диффузная составляющая ПИИДД. Из рисунка 4 видно, что чувствительность Брэгг-рефлексов к наличию и параметрам ОРД убывает вследствие уменьшения различия между глубинами формирования диффузной и брэгговской составляющих ПИИДД, и при изменении азимутального угла рефлекса убывание чувствительности нормализованной ПИИДД $\rho(\varphi)$ происходит симметрично относительно $\varphi = 90^\circ$.

Когда в кристалле присутствуют дефекты больших размеров, диффузное рассеяние от таких дефектов попадает преимущественно в область Хуаня. Радиус области рассеяния Хуаня уменьшается с увеличением размеров дефектов [21–23], и располагается в непосредственной близости от узла обратной решётки. Направления распространения таких диффузных волн не сильно отличаются от направления, удовлетворяющего условию Вульфа–

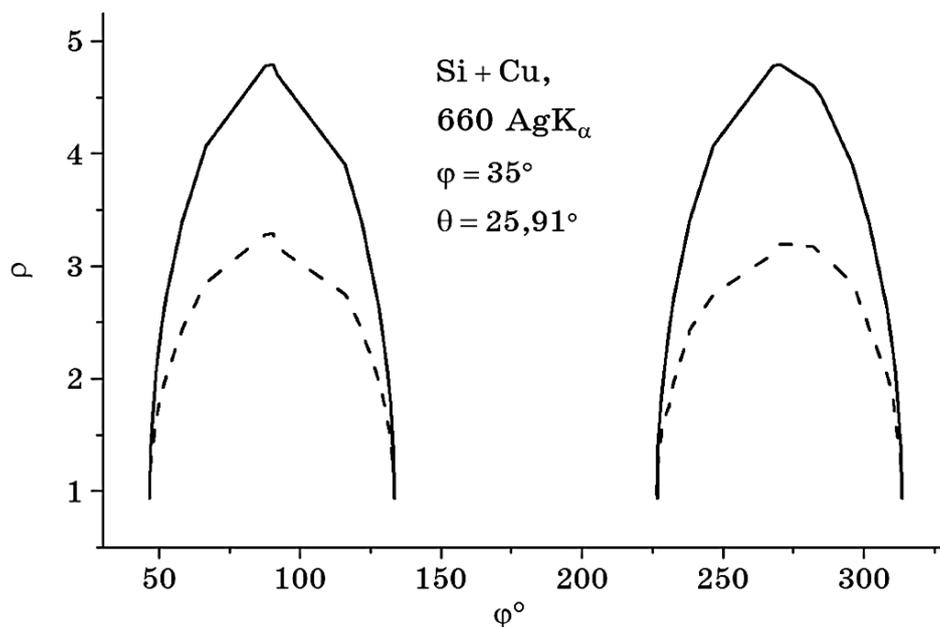


Рис. 4. АЗ интегральных интенсивностей ($\rho = R_i/R_i^{\text{dyn}}$) Брэгг-дифракции при асимметричных (660)-AgK_α-отражениях, соответствующие плоским преципитатам Cu₃Si с $R_{\text{cl}} = 0,63$ мкм, $c_{\text{cl}} = 8,59 \cdot 10^{-13}$ (сплошные линии) и сферическим преципитатам Cu₃Si с $R_{\text{cl}} = 0,034$ мкм, $c_{\text{cl}} = 2,49 \cdot 10^{-12}$ (штриховые линии). Относительная деформация на границе кластеров Cu₃Si составляет $\varepsilon = 0,13$ [31, 32].⁴

Брэгга, и, следовательно, такие волны, после рассеяния на искажениях, принимают участие в процессах дифракции на периодической части кристаллического потенциала. Это означает, что для таких диффузных волн становятся существенными эффекты динамического рассеяния, т.е. процессы многократного рассеяния на периодической части и перерассеяния на искажениях кристаллической решётки, что может вызвать как перераспределение интенсивности диффузного рассеяния, так и их экстинкцию, и рассеяние обратно в когерентные волны.

Таким образом, физическую природу впервые обнаруженной асимметрии АЗ ПИИДД для крупных дефектов ($R_0 \geq \Lambda$), можно объяснить тем, что с увеличением размера дефектов увеличивается вклад в интегральную интенсивность динамической части диффузного рассеяния, которая находится в угловой области Брэгг-отражения и поэтому претерпевает эффект полного отражения назад в проходящий луч (рис. 3, а).

Из рисунка 3, а также видно, что для крупных дефектов ($R_0 \geq \Lambda$) область, в которой проявляется динамический характер диффузного рассеяния, практически равна интервалу вдоль осей кривой отражения диффузного рассеяния. Эффект полного отражения диффузного излучения обеспечивает АЗ, отличающуюся от АЗ при кинематическом диффузном рассеянии. При учёте указанного эффекта появляется асимметрия АЗ ПИИДД, нормированной на АЗ ПИИДД РЛ в идеальных кристаллах, которая увеличивается с ростом размера дефектов. Следовательно расчётные формулы для диффузной составляющей ПИИДД и параметров L , μ_{ds}^0 и μ^* должны быть динамическими, а не кинематическими, которые и учитывали бы дополнительную АЗ, обеспечивающую эффект асимметрии.

4. ОБОБЩЕНИЕ МОДЕЛИ АЗ ПИИДД РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В МОНОКРИСТАЛЛАХ С НПС И ОДНОРОДНО РАСПРЕДЕЛЁННЫМИ ДЕФЕКТАМИ НЕСКОЛЬКИХ ТИПОВ НА СЛУЧАЙ СОИЗМЕРИМЫХ С ДЛИНОЙ ЭКСТИНКЦИИ РАЗМЕРОВ ДЕФЕКТОВ И ТОЛЩИН НПС

Как показано в [17, 19, 26], при дифракции сосредоточенных в динамической области каждой из диффузных волн образуется четыре диффузные волны — две проходящие и две дифрагированные диффузно рассеянные волны, которые формируют сильно и слабо поглощающиеся диффузные волновые поля, соответствующие различным ветвям дисперсионной поверхности. Поэтому, для описания сосредоточенного главным образом в динамической области диффузного рассеяния от дефектов больших размеров становится важным учёт динамических экстинкционных эффектов.

В работе [24] изучено динамическое рассеяние в геометрии Брэгга монокристаллом, содержащим ОРД с размерами, сравнимыми с длиной экстинкции, и описано влияние таких ОРД на форму кривых отражения. Получены угловые зависимости коэффициента эффективного поглощения из-за ухода части интенсивности в диффузный фон $\mu_{ds}(\Delta\theta)$, где $\Delta\theta$ — отклонение падающего луча от направления, удовлетворяющего условию Вульфа–Брэгга. В работах [19, 24] получены формулы для ПИИДД монокристалла, содержащего большие ОРД в геометрии Брэгга, где впервые учтена оказавшаяся существенной ориентационная зависимость интерференционного коэффициента поглощения μ_i .

При этом для ПИИДД (R_i) и её брэгговской (R_{ib}) и диффузной (R_{id}) составляющих получены следующие выражения:

$$R_i = R_{ib} + R_{id}, \quad (11)$$

$$R_{ib} = \frac{1}{K \sin 2\theta_B} \int_{-\infty}^{\infty} (L - \sqrt{L^2 - 1}) d(\Delta\theta),$$

где

$$L = \frac{z^2 + g^2 + [(z^2 - g^2 + \kappa^2 - 1)^2 + 4(zg - \kappa)^2]^{1/2}}{(1 + \kappa^2)}, \quad z = \frac{\Delta\theta \sin(2\theta_B)}{cE|\chi_{Hr}|} \sqrt{b},$$

$$b = \frac{\gamma_0}{|\gamma_H|}, \quad g = -(|\chi_{0i}| + \mu_{ds}(k_0)/K) \frac{1 + b}{2c|\chi_{Hr}|\sqrt{b}}, \quad \kappa = \frac{|\chi_{Hi}|}{|\chi_{Hr}|}, \quad K = 2\pi/\lambda;$$

χ_{Hi} — мнимая часть Фурье-компоненты поляризуемости кристалла.

Связь показателя статического фактора Дебая–Валлера L со средним радиусом R_0 и концентрацией c дислокационных петель описывается выражением:

$$L_H \approx 0,5c\nu_c^{-1}R_0^3(Hb_L)^{3/2},$$

где b_L — модуль вектора Бюргера петли,

$$R_{id} = \frac{1}{2\gamma_0 K \sin(2\theta_B)} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\mu_{ds}(k_0)}{\mu_i} dk_0, \quad (12)$$

$$\mu_{ds}(k_0) = cC^2 E^2 \frac{\pi\nu_c}{4} \left(\frac{H|\chi_{Hr}|}{\lambda} \right)^2 J(k_0), \quad (13)$$

$$J(k_0) = \begin{cases} J_H(k_0) + J_{H-SW}(k_0) + J_H^*(k_0), & \text{при } |k_0| < k_m, \\ J_{SW}(k_0), & \text{при } |k_0| \geq k_m, \end{cases}$$

$$\begin{aligned}
J_{\text{H}}(k_0) &= b_2 \ln \left(\frac{k_{\text{m}}^2 + \mu_{\text{i}}^2}{k_0^2 + \mu_{\text{i}}^2} \right) + (b_3 k_0^2 + b_4 \mu_{\text{i}}^2) \left(\frac{1}{k_{\text{m}}^2 + \mu_{\text{i}}^2} - \frac{1}{k_0^2 + \mu_{\text{i}}^2} \right), \\
J_{\text{H-SW}}(k_0) &= \frac{k_{\text{m}}^2}{k_{\text{m}}^2 + \mu_{\text{i}}^2} \left(b_2 - \frac{1}{2} \frac{b_3 k_0^2 + b_4 \mu_{\text{i}}^2}{k_{\text{m}}^2 + \mu_{\text{i}}^2} \right), \\
J_{\text{SW}}(k_0) &= \frac{k_{\text{m}}^2}{k_0^2 + \mu_{\text{i}}^2} \left(b_2 - \frac{1}{2} \frac{b_3 k_0^2 + b_4 \mu_{\text{i}}^2}{k_0^2 + \mu_{\text{i}}^2} \right), \\
J_{\text{H}}^*(k_0) &= \text{sgn}(\Delta\theta) \text{sgn}(\varepsilon) b_1 \left[\sqrt{k_{\text{m}}^2 + \mu_{\text{i}}^2} - \sqrt{k_0^2 + \mu_{\text{i}}^2} \right], \quad k_0 = K\Delta\theta \sin(2\theta_{\text{B}}), \\
k_{\text{m}} &= \begin{cases} \frac{2\pi}{R_0 \sqrt{Hb_{\text{L}}}} & \text{для дислокационных петель,} \\ \frac{2\pi}{\sqrt{HA_{\text{cl}}}} & \text{для сферических кластеров,} \end{cases} \\
b_3 &= B_2 \left(\frac{1}{2} \cos^2 \theta_{\text{B}} - \sin^2 \theta_{\text{B}} \right), \quad b_4 = B_2 \left(\frac{1}{2} \cos^2 \theta_{\text{B}} - \cos^2 \psi \right), \\
\mu_{\text{i}} &= \frac{\mu_0(1+b)}{4\gamma_0} \left(1 + \frac{r}{|g_{\text{i}}|} \right), \quad (14) \\
r &= \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{\sqrt{u^2 + v_{\text{i}}^2} - u}, \quad u = z^2 - g_{\text{i}}^2 + \kappa^2 - 1, \\
v_{\text{i}} &= 2(zg_{\text{i}} - \kappa), \quad g_{\text{i}} = -|\chi_{0\text{i}}| \frac{1+b}{2C|\chi_{\text{Hr}}|\sqrt{b}}.
\end{aligned}$$

Ориентационная зависимость (зависимость от $\Delta\theta$) интерференционного коэффициента поглощения μ_{i} была учтена при вычислении дифференциального коэффициента экстинкции в [24]. Для интегральной интенсивности подобная зависимость впервые была учтена в [2, 25].

На рисунке 5 изображена азимутальная зависимость μ_{i} в сравнении с величиной радиуса сферы, ограничивающей область обратной решётки, в которой формируется диффузное рассеяние. Из рисунка 5 видно, что азимутальная зависимость μ_{i} не проявляется (прямая линия), поскольку область, в которой формируется диффузное рассеяние для мелких дефектов на два порядка больше величины μ_{i} .

Таким образом, в случае ОРД с $R_0 \ll \Lambda$, когда верхняя граница области рассеяния Хуаня k_{m} на порядки превышает величину ин-

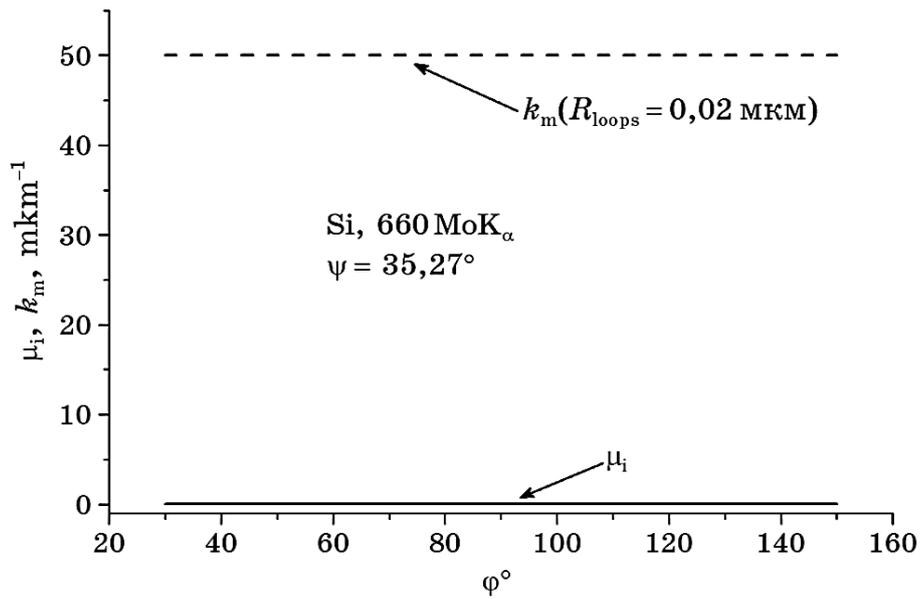


Рис. 5. Азимутальные зависимости интерференционного коэффициента поглощения (сплошная линия) и радиуса сферы (штриховая линия), ограничивающей область вокруг узла обратной решётки, в которой формируется диффузное рассеяние, для ОРД со средним радиусом $R_0 \ll \Lambda$.⁵

терференционного коэффициента поглощения μ_i ($k_m \gg \mu_i$), в работе [24] было получено строгое кинематическое выражение для диффузной компоненты отражательной способности даже при пренебрежении ориентационной зависимостью μ_i . Однако так не должно быть в случае ОРД с $R_0 \approx \Lambda$, когда k_m одного порядка с интерференционным коэффициентом поглощения μ_i .

Результаты расчётов азимутальных зависимостей μ_i для ОРД с разными значениями среднего радиуса представлены на рис. 6, 7.

Из рисунка 6 видно, что μ_i значительно возрастает при увеличении степени асимметрии отражения (при отклонении угла φ от 90°). Когда k_m на порядки превышает μ_i (рис. 5) азимутальная зависимость последнего практически не влияет на величину диффузной компоненты ПИИДД, для этого случая при $k_m \gg \mu_i$. В работе [24] получено строго кинематическое выражение для диффузной компоненты отражательной способности. Однако, когда диффузная компонента ПИИДД локализуется в области Хуаня, радиус сферы, ограничивающей эту область k_m , одного порядка с интерференционным коэффициентом поглощения μ_i (рис. 6). В этих случаях величина диффузной компоненты ПИИДД должна быть максимальной при кососимметричном отражении и уменьшаться с увеличением степени асимметрии отражений, а асим-

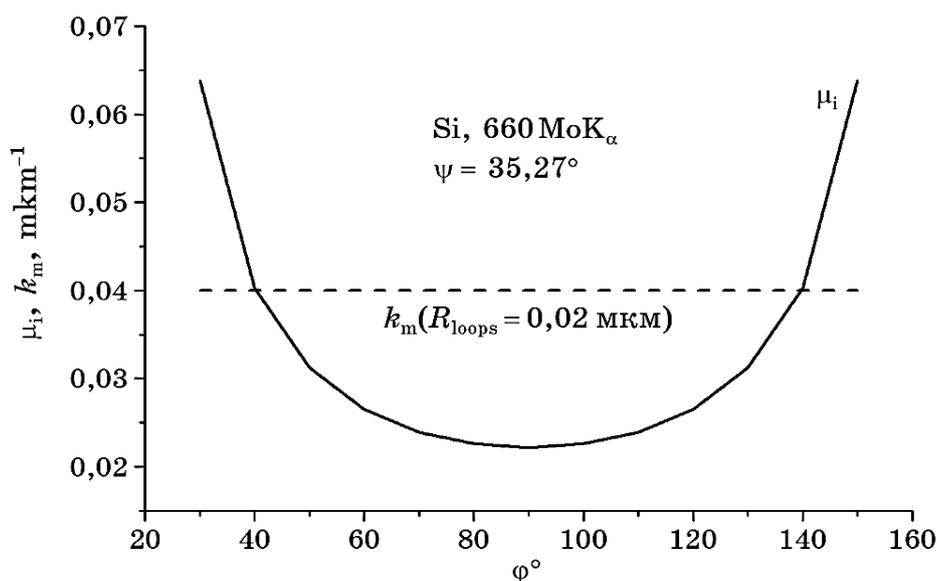


Рис. 6. То же самое, что и на предыдущем рисунке, но для $R_0 \geq \Lambda$.⁶

метрия АЗ нормализованной ПИИДД ($\rho = R_i/R_i^{\text{dyn}}$) появляется и растёт с увеличением среднего радиуса и чувствительности к концентрации крупных ОРД, т.е. $\eta = \rho_{(90^\circ+x)}/\rho_{(90^\circ-x)}$ является структурно чувствительной величиной.

Так, согласно [5] для изучения характера изменения чувствительности η при увеличении степени искажений решётки проведены расчёты зависимостей асимметрии рефлексов 660 MoK_α от среднего радиуса ОРД $\eta(R)$ в двух случаях: $\rho_{90^\circ}(220) = 1,25$ и $\rho_{90^\circ}(220) = 2,75$ (см. рис. 7).

Из рисунка 7 видно, что при сильных искажениях решётки асимметрия АЗ может для больших дефектов исчезнуть. Причиной этого является приближение величины ПИИДД с ростом степени искажений структуры к величине ИИДД кинематически рассеивающего кристалла.

Таким образом, показано, что эффект асимметрии АЗ ПИИДД РЛ обеспечивается проявлением АЗ эффективного коэффициента поглощения за счёт явления полного отражения диффузного рассеяния в случае дифракции по Брэггу при увеличении размеров дефектов до сравнимых с длиной экстинкции величины и соответствующем сгущении диффузного рассеяния в области брэгговского пика (рис. 3, а). На основании построенной модели, объясняющей физическую природу асимметрии азимутальной зависимости, возникающей при наличии крупных дефектов ($R_0 \geq \Lambda$) в динамически рассеивающем слое, в рамках динамической теории

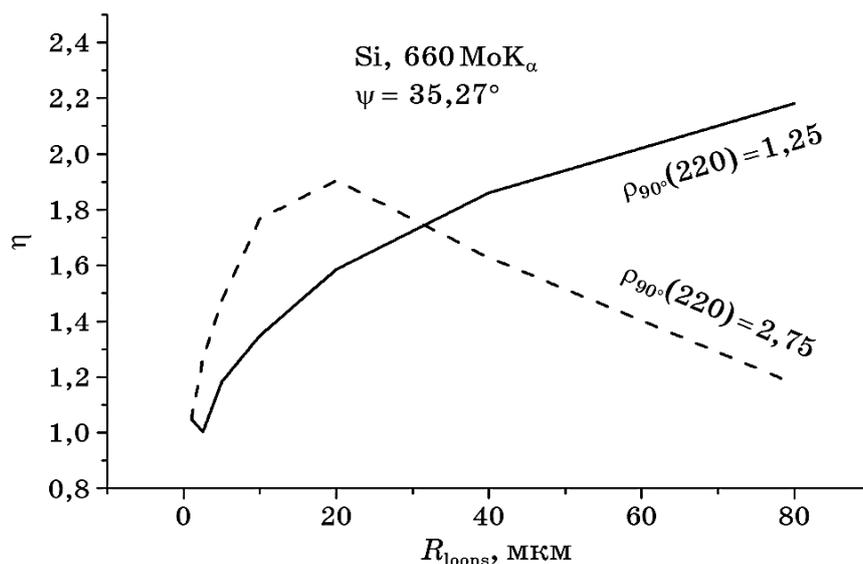


Рис. 7. Зависимости степени асимметрии азимутальной зависимости нормализованной ПИИДД $\eta = \rho_{130^\circ}/\rho_{50^\circ}$ от величины среднего радиуса дефектов при $\rho_{90^\circ}(220) = 1,25$ (сплошная линия) и $\rho_{90^\circ}(220) = 2,75$ (штриховая линия).⁷

рассеяния рентгеновских лучей создана расчётная модель (11)–(14) диагностики монокристаллов с дефектами, размеры которых сравнимы или больше длины экстинкции рентгеновских лучей.

Из вышеизложенного следует, что с увеличением среднего размера дефектов асимметрия АЗ ПИИДД РЛ увеличивается. Используя этот эффект чувствительности АЗ к размеру дефекта можно в случае Брэгг-дифракции РЛ определять средний радиус крупных дефектов без привлечения измерений в приближении толстого кристалла в случае Лауэ.

На рисунке 8 маркерами представлена впервые экспериментально полученная в работе [6] асимметричная АЗ ПИИДД реального кристалла, нормированная на АЗ ИИДД идеального кристалла. Также на рис. 8 представлены характеристики дефектов, соизмеримых с длиной экстинкции рентгеновских лучей (средний радиус, концентрация), рассчитанные согласно модели (11)–(14) путём фитирования теоретической к экспериментально полученной (маркеры) асимметричной АЗ ПИИДД, нормированной на АЗ ИИДД идеального кристалла.

Сравнение кривых, рассчитанных для различных радиусов дефектов, доказывает чувствительность обнаруженного эффекта к размеру дефектов. Как видно из рис. 8, с экспериментом совпадает асимметричная кривая, рассчитанная для величины радиуса, соизмеримой с длиной экстинкции.

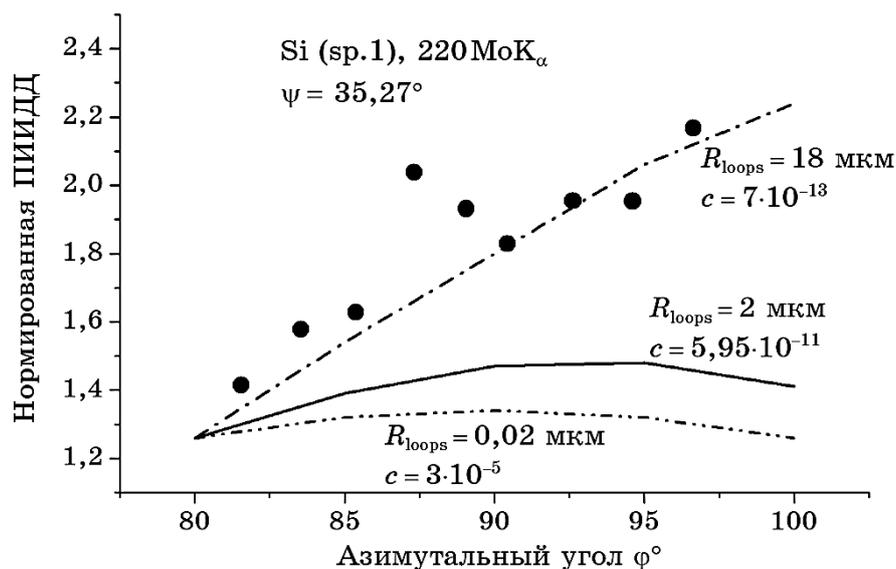


Рис. 8. Рассчитанные для различных значений средних радиусов ОРД (линии) и экспериментальная (●) АЗ нормированных ПИИДД образца монокристаллического Si для (220)-Брэгг-отражения MoK_α -излучения, где $\Lambda_{90} = 60$ мкм.⁸

Для неразрушающей рентгеновской диагностики толщин НПС, соизмеримых с длиной экстинкции, разработана трёхслойная модель рассеяния рентгеновских лучей монокристаллом с нарушенным поверхностным слоем [1, 26]. Согласно этой модели, в дополнение к вкладам от кинематически и динамически рассеивающих слоёв, в общее выражение для ПИИДД входит и интерференционное слагаемое:

$$R_i = (R_{ip} e^{-\mu_{ks} t_{ksl}} + R_{iks} + R_{ii} e^{-(\mu_{ks} t_{ksl})/2}) e^{-2\mu_0 (t_{am} + t_{ksl}) \gamma}, \quad (15)$$

где

$$\begin{aligned} R_{ip} &= 8/3 C |\chi_{Hr}| / \sin(2\theta_B) \sqrt{|\gamma_H| / \gamma_0}, \\ R_{iks} &= C^2 (Q/\gamma_0) k \Lambda (a/d) = C^2 (Q/\gamma_0) t_{ksl}, \\ R_{ii} &= \frac{2}{b} \int_{-\infty}^{\infty} d(\Delta\theta) (X_{Lr}^{\text{kin}} X_{0r} + X_{Li}^{\text{kin}} X_{0i}), \\ X_L^{\text{kin}} &= \frac{1 - e^{\frac{2i \pi t_{ksl} \alpha}{\lambda |\gamma_H|}}}{2\alpha_k \sqrt{b}} CE(\chi_{Hr} + i\chi_{Hi}) = X_{Lr}^{\text{kin}} + iX_{Li}^{\text{kin}}, \quad \alpha = -\Delta\theta \sin 2\theta_B, \end{aligned}$$

$$X_0 = \sqrt{b} \left(y - s\sqrt{y^2 - 1} \right) = X_{0r} + iX_{0i}, \quad y = -(\alpha - \alpha_0) \sqrt{b}/\sigma,$$

$$2\alpha_0 = \chi_0(1 + 1/b), \quad \sigma^2 = C^2 E^2 \chi_H \chi_{-H}, \quad s = \text{sgn}(\Delta\theta),$$

где R_i — ПИИДД монокристалла с НПС, R_{iP} — ИИДД для идеального кристалла, R_{iks} — ИИКД напряжённого кинематически рассеивающего слоя, k — коэффициент, характеризующий толщину кинематически рассеивающего слоя и выражающий её в длинах экстинкции, d — межплоскостное расстояние для данного рефлекса, R_{ii} — интерференционное слагаемое, которое выражается через амплитуды когерентных волн, рассеянных от динамически рассеивающего объёма кристалла (X_0) и от кинематически рассеивающего нарушенного поверхностного слоя (X_L^{kin}).

На основании разработанной теории в [4, 5, 19] создана физическая обобщённая модель, описывающая ПИИДД для кристаллов, в которых присутствуют дефекты нескольких типов, имеющие произвольные размеры, в том числе соизмеримые с длиной экстинкции, а также эти кристаллы имеют нарушенный поверхностный слой большой толщины:

$$R_i^0 = (R_i e^{-\mu_{ks} t_{ksl}} + R_{iks} + R_{ii} e^{\frac{1}{2}(\mu_{ks} t_{ksl})}) e^{-2\mu_0 (t_{am} + t_{ksl})\gamma}. \quad (16)$$

Динамические экстинкционные эффекты за счёт диффузного рассеяния в ПИИДД РЛ учитываются когерентным и диффузным факторами экстинкции, в результате чего выражения для ПИИДД в разных условиях дифракции имеют универсальный вид, поэтому R_i будет иметь следующий вид:

$$R_i = R_{iP} F_{ds}^{\text{coh}} + R_{iD}^{\text{kin}} F_{ds}^{\text{diff}}, \quad (17)$$

где R_{iP} — брэгговская составляющая интегральной интенсивности рассеяния для динамически рассеивающего кристалла с учётом статического фактора Дебая–Валлера (фактора Кривоглаза), R_{iD}^{kin} — диффузная компонента рассеяния динамически рассеивающего кристалла без учёта экстинкции за счёт диффузного рассеяния, F_{ds}^{coh} и F_{ds}^{diff} — соответственно когерентный и диффузный факторы экстинкции за счёт диффузного рассеяния.

Выражение для когерентного фактора экстинкции F_{ds}^{coh} в геометрии Брэгга, в приближении толстого кристалла:

$$F_{ds}^{\text{coh}} = \frac{3}{8} \int_{-\infty}^{\infty} r_c(z) dz, \quad (18)$$

$$r_c(z) = L - \sqrt{L^2 - 1}. \quad (19)$$

5. РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ДИФРАКТОМЕТРИИ ТОЛЩИН НПС И ХАРАКТЕРИСТИК ДЕФЕКТОВ НЕСКОЛЬКИХ ТИПОВ НА ОСНОВЕ ОБНАРУЖЕННЫХ ДВУХ ЭФФЕКТОВ АСИММЕТРИИ АЗ ПИИДД И ОБОБЩЁННЫХ СООТВЕТСТВУЮЩИХ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ

В зависимости от азимутального угла вклады в ПИИДД от дефектов и НПС будут изменяться. Для каждого из значений азимута φ в измеряемом интервале предложено использовать асимметрию в качестве однозначной меры толщины кинематически рассеивающего слоя с учётом величины вкладов в ПИИДД от разных видов дефектов. Если есть набор экспериментальных точек для каждого азимута, то можно разделить вклады НПС и дефектов, выбрав единым образом суммарную АЗ, совпадающую с экспериментом.

Сравнение эффектов асимметрии АЗ ПИИДД, обусловленных нарушенным поверхностным слоем и дефектами, представлено на рис. 9. На рисунке 9 проиллюстрирован разный характер влияния НПС и ОРД на АЗ ПИИДД РЛ и видно, что НПС и дефекты имеют различные знаки асимметрии АЗ и величины вкладов в ПИИДД обоих эффектов асимметрии со строго заданной (аналитически) различной их зависимостью от азимутального угла φ . Именно это и

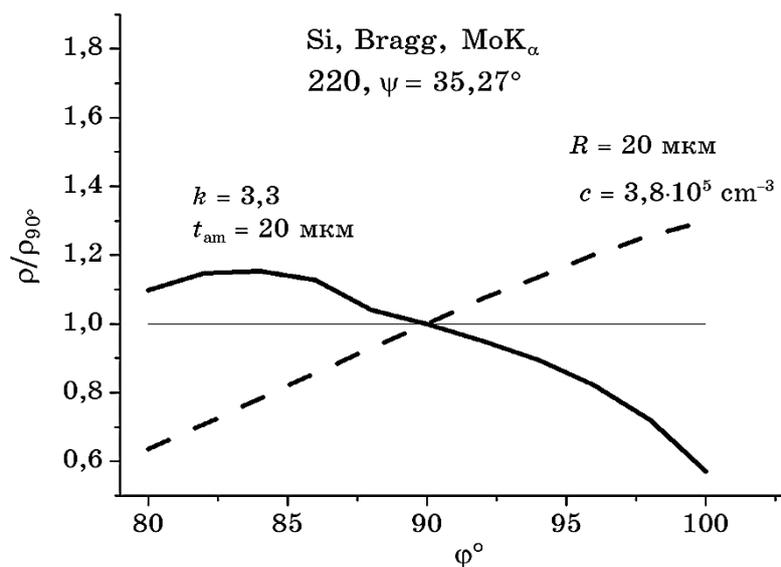


Рис. 9. Рассчитанные АЗ ПИИДД, нормированные на ИИДД в идеальном кристалле, для монокристалла с НПС без дефектов, — сплошная линия, — и для монокристалла без НПС с равномерно распределёнными большими дислокационными петлями — штриховая линия.⁹

позволило создать метод однозначной количественной диагностики одновременно параметров обоих типов дефектов, т.е. размеров микродефектов и их концентраций и толщин НПС. При этом метод создан для общего случая и больших дефектов и сравнимых или превышающих длины экстинкции рентгеновских лучей слоёв. Такая разработанная модель позволила впервые провести методом АЗ ПИИДД РЛ одновременно диагностику и параметров микродефектов и НПС монокристаллического кремния после обработки высокоэнергетическими электронами с дозой облучения 3,6 кГрэй и энергией облучения 18 МэВ. Результаты диагностики: $R_{\text{loops}} = 0,02$ мкм, $c_{\text{loops}} = 2,035 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$, $t_{\text{ам}} = 7,25$ мкм, $k = 0,33$.

Таким образом, на основании динамической теории, разработанной для ПИИДД РЛ с учётом экстинкционных эффектов диффузного рассеяния [18, 19], появилась возможность создать обобщённую модель ПИИДД для неразрушающей многопараметрической структурной диагностики монокристаллов с дефектами, когда толщины НПС и дефекты в динамически рассеивающем объёме могут иметь размеры сравнимые или большие длины экстинкции рентгеновских лучей.

В работах [1, 5, 6] продемонстрировано практическое использование обобщённой модели АЗ ПИИДД для диагностики кристаллов с произвольными размерами дефектов.

Так, использование АЗ ПИИДД, асимметрия которой согласно работам [5, 6] чувствительна к дефектам структуры, позволяет значительно повысить точность определения среднего радиуса ОРД в объёме монокристалла по формулам, полученным в работах [6, 19, 25], путём подгонки значения $\rho_{\text{ОРД}}$ (расчётного) к значению $\rho_{\text{ОРД}}(1) = 1,48 \pm 0,01$, полученному экспериментально для симметричного Брэгг-рефлекса (333). Получен ряд пар значений среднего радиуса R_{loops} и концентрации c_{loops} дислокационных петель. Для этого ряда пар были рассчитаны значения $\rho_{\text{ОРД}}$ и для остальных симметричных условий дифракции — отражений (111), (444) и (555).

Изменение $\rho_{\text{ОРД}}(111)$ и $\rho_{\text{ОРД}}(444)$, рассчитанных для различных пар значений R_{loops} и c_{loops} , не превысило погрешности экспериментального определения $\rho_{\text{ОРД}}$, т.е. однозначно определить значения R_{loops} и c_{loops} из этих $\rho_{\text{ОРД}}$ путём совместной подгонки рассчитываемых значений $\rho_{\text{ОРД}}$ к экспериментальным для рефлексов (111), (333) и (444) невозможно. Однако оказалось, что $\rho_{\text{ОРД}}(555)$ значительно возрастает и для больших R_{loops} вследствие резкого увеличения вклада диффузной составляющей за счёт роста всех трёх дифракционных параметров структурного состояния L , μ_{ds}^0 , $\mu^* \propto H^2$.

В результате, совместная подгонка экспериментально полученных величин $\rho_{\text{ОРД}}(333)$ и $\rho_{\text{ОРД}}(555)$ позволила однозначно определить

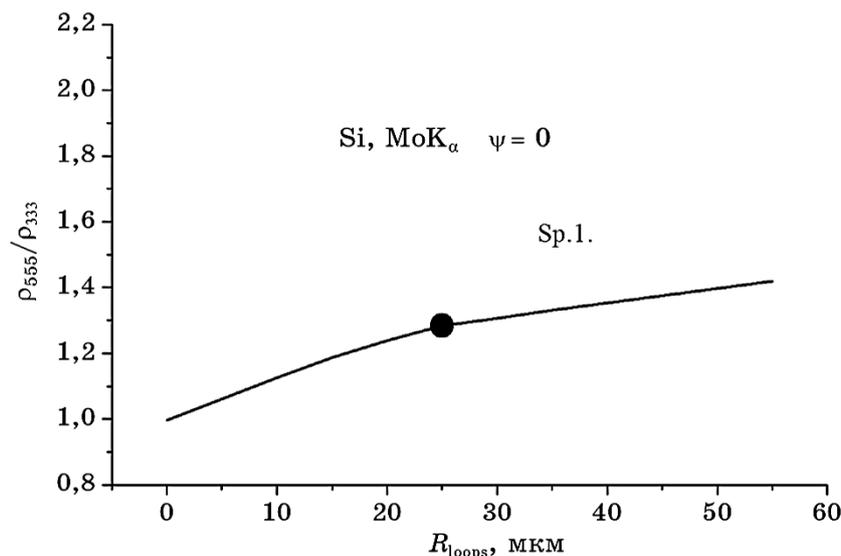


Рис. 10. Рассчитанная зависимость (сплошная линия) и экспериментальное значение (●) отношения ρ_{555}/ρ_{333} .

значения среднего радиуса R_{loops} и концентрации c_{loops} дислокационных петель, случайно распределённых в исследуемом образце. Оценка точности такого определения иллюстрируется рис. 10.

Из рисунка 10 видно, что таким способом можно определить значение $R_{loops} \approx 11-55$ мкм. Если взять среднюю величину полученных значений 33 ± 22 мкм, погрешность определения R_{loops} будет очень велика и составит 67% определяемой величины. Используемые АЗ ПИИДД, асимметрия которых согласно выводам в работах [5, 6] чувствительна к дефектам структуры, позволяет значительно повысить точность определения среднего радиуса ОРД. Путём подгонки рассчитанного по выражению, полученному в [19], значения $\rho_{ОРД}$ к значению $\rho_{ОРД} = 1,44 \pm 0,03$, определённое экспериментально для асимметричного Брэгг-рефлекса (660) при $\varphi = 50^\circ$, получен ряд пар значений среднего радиуса R_{loops} и концентрации c_{loops} дислокационных петель. Затем для этого ряда пар значений рассчитаны $\rho_{ОРД}$ для асимметричных Брэгг-рефлексов (660) при $\varphi = 130^\circ$.

Из рисунка 11 видно, что таким способом можно определить $R_{loops} = 15 \pm 2,5$ мкм, т.е. погрешность определения R_{loops} составляет 17% определяемой величины. За пределы указанной погрешности выходит значение среднего радиуса ОРД, которое определено для рефлекса (220), характеризующегося в три раза меньшей глубиной проникновения рентгеновского излучения в кристалл ($t \approx 30,4-100$ мкм), чем для рефлекса (660).

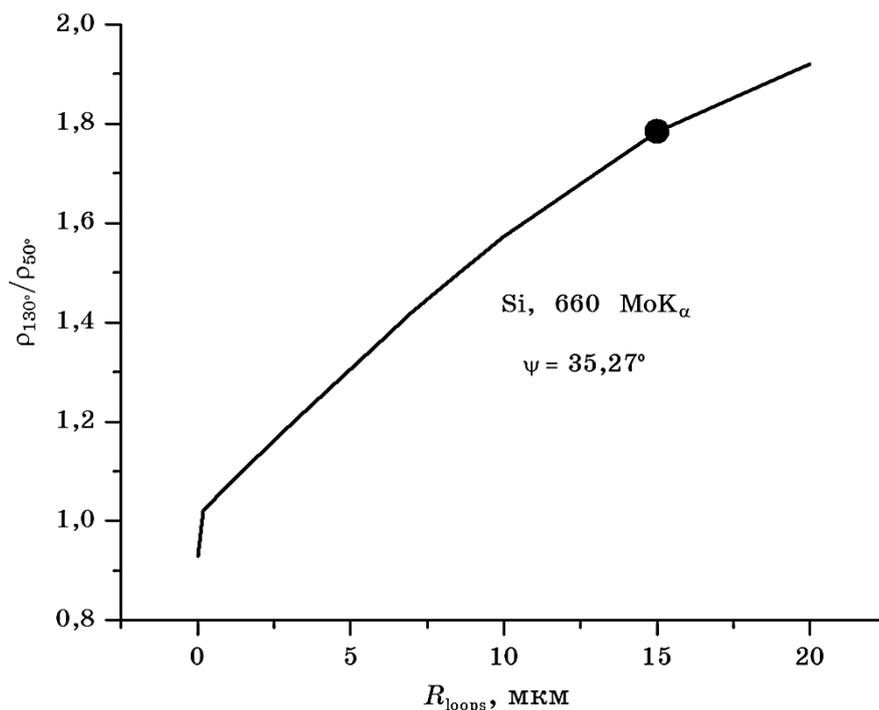


Рис. 11. Рассчитанная зависимость отношения $\rho^{660}(\varphi = 130^\circ)/\rho^{660}(\varphi = 50^\circ)$ от R_{loops} (сплошная линия) и значение $\rho^{660}(\varphi = 130^\circ)/\rho^{660}(\varphi = 50^\circ)$ (●) из эксперимента.¹¹

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изложены результаты установления ещё одного (в дополнение к асимметрии, обусловленной НПС) эффекта асимметрии АЗ нормированной ПИИДД за счёт дефектов, соизмеримых с длиной экстинкции.

Описана физическая природа этого эффекта асимметрии и показано, что этот эффект обусловлен впервые учтённым авторами вкладом полного отражения диффузного рассеяния в ПИИДД и увеличивается с ростом размера дефектов, однако имеет противоположный знак в сравнении с предыдущим обнаруженным авторами эффектом асимметрии другой природы, вызванным НПС, что позволяет разделять дефекты по их типу.

Созданы и детализированы основы неразрушающей, с использованием обнаруженных эффектов асимметрии, многопараметрической рентгеновской дифрактометрии монокристаллов в определении одновременно и толщин НПС, и характеристик дефектов без ограничений на их размеры.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, Е. И. Богданов, В. В. Лизунов, Н. Г. Толмачев, С. В. Дмитриев, Я. В. Василик, А. Г. Карпов, О. Г. Войток, *Металлофиз. новейшие технол.*, **39**, № 6 (2017) (в печати).
2. В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, С. В. Дмитриев, Е. Г. Лень, Е. В. Первак, Б. В. Шелудченко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **27**, № 12: 1659 (2005).
3. В. В. Ратников, Р. Н. Кютт, *Журнал технической физики*, **55**, № 2: 391 (1985).
4. В. В. Немошкаленко, В. Б. Молодкин, Е. Н. Кисловский, М. Т. Когут, А. И. Низкова, Е. Н. Гаврилова, С. И. Олиховский, О. В. Сульженко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **16**, № 2: 48 (1994).
5. В. Б. Молодкин, С. В. Дмитриев, Е. В. Первак, А. А. Белоцкая, А. И. Низкова, *Металлофиз. новейшие технол.*, **28**, № 8: 1055 (2006).
6. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. В. Дмитриев, А. А. Белоцкая, М. Т. Когут, А. И. Гранкина, Е. И. Богданов, И. И. Рудницкая, О. Г. Гимчинский, И. И. Московка, В. Н. Венгер, *Металлофиз. новейшие технол.*, **28**, № 8: 1041 (2006).
7. А. И. Низкова, *Динамические эффекты в интегральной рентгеновской дифрактометрии неидеальных кристаллов* (Автореферат дисс. ... докт. физ.-мат. наук (Киев: Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 2004).
8. М. А. Кривоглаз, *Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах* (Киев: Наукова думка: 1983).
9. Р. Н. Dederichs, *Phys. Status Solidi*, **23**: 377 (1967).
10. В. В. Ратников, Э. К. Ковьев, Л. М. Сорокин, *Физика твердого тела*, **26**, № 7: 2155 (1984).
11. В. В. Ратников, Л. М. Сорокин, *Физика твердого тела*, **26**, № 11: 3445 (1984).
12. А. Бейзер, *Основные представления современной физики* (Москва: Атомиздат: 1973).
13. В. Б. Молодкин, В. В. Немошкаленко, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, Е. В. Первак, Дж. Е. Айс, Б. К. Ларсон, *Интегральная рентгеновская дифрактометрия несовершенных монокристаллов при совместном использовании геометрий, дифракций по Лауэ и Бреггу, а также жёсткого и мягкого рентгеновских излучений* (Киев: Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 1998) (Препринт UNSC 1).
14. В. Б. Молодкин, В. В. Немошкаленко, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, Е. В. Первак, А. И. Гранкина, Дж. Е. Айс, Б. К. Ларсон, *Металлофиз. новейшие технол.*, **22**, № 3: 3 (2000).
15. В. Б. Молодкин, Е. А. Тихонова, *Физика металлов и металловед.*, **24**: 385 (1967).
16. В. Б. Молодкин, *Физика металлов и металловед.*, **27**, № 4: 582 (1969).
17. В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, М. Е. Осинский, *Металлофизика*, **5**, № 5: 3 (1983).
18. В. Б. Молодкин, *Классификация дефектов кристалла по их влиянию на дифракцию излучений в рамках динамической теории рассеяния* (Киев:

- 1976) (Препринт ИМФ 76.4).
19. С. В. Дмитриев, *Динамическая теория экстинкционных эффектов диффузного рассеяния*, (Дисс. ... канд. физ.-мат. наук) (Киев: Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 2006).
 20. Л. И. Даденко, В. Б. Молодкин, М. Е. Осинковский, *Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами* (Киев: Наукова думка: 1988).
 21. М. А. Кривоглаз, *Физика металлов и металловед.*, **12**: 465 (1961).
 22. М. А. Krivoglaz, *Diffuse Scattering of X-Ray and Neutrons by Fluctuations* (Berlin: Springer: 1996).
 23. М. А. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals* (Berlin: Springer: 1996).
 24. S. I. Olikhovskii, V. B. Molodkin, E. N. Kislovskii, E. G. Len, and E. V. Pervak, *Phys. Status Solidi B*, **231**, No. 1: 199 (2002).
 25. В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, С. В. Дмитриев, Е. Г. Лень, Е. В. Первак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **28**, № 7: 947 (2006).
 26. А. П. Шпак, М. В. Ковальчук, В. Б. Молодкин, В. Л. Носик, В. Ф. Мачулин, С. И. Олиховский, А. И. Низкова, С. В. Дмитриев, А. А. Белоцкая, Е. И. Богданов, Я. В. Василик, А. И. Гранкина, М. Т. Когут, В. В. Молодкин, Е. В. Первак, И. И. Рудницкая, *Металлофиз. новейшие технол.*, **32**, № 10: 1301 (2010).
 27. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, М. Т. Когут, В. П. Кривицкий, Ю. Н. Прасолов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 4: 521 (2002).
 28. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 5: 585 (2002).
 29. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 7: 969 (2002).
 30. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, И. И. Рудницкая, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 8: 1089 (2002).
 31. А. П. Шпак, В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, *Успехи физ. мет.*, **5**: 51 (2004).
 32. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, В. М. Попов, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, И. И. Рудницкая, В. Н. Венгер, *Металлофиз. новейшие технол.*, **28**, № 5: 601 (2006).

REFERENCES

1. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, E. I. Bogdanov, V. V. Lizunov,

- N. G. Tolmachev, S. V. Dmitriev, Ya. V. Vasylyk, A. G. Karpov, and O. G. Voityuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 6 (2017) (to be published).
2. V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskii, S. V. Dmitriev, E. G. ЛЕНЬ, E. V. Pervak, and B. V. Sheludchenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **27**, No. 12: 1659 (2005) (in Russian).
 3. V. V. Ratnikov and R. N. Kyutt, *Zhurnal Tekhnicheskoi Fiziki*, **55**, No. 2: 391 (1985) (in Russian).
 4. V. V. Nemoshkalenko, V. B. Molodkin, E. N. Kislovskii, M. T. Kogut, A. I. Nizkova, E. N. Gavrilova, S. I. Olikhovskii, and O. V. Sul'zhenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **16**, No. 2: 48 (1994) (in Russian).
 5. V. B. Molodkin, S. V. Dmitriev, E. V. Pervak, A. A. Belotskaya, and A. I. Nizkova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 8: 1055 (2006) (in Russian).
 6. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. V. Dmitriev, A. A. Belotskaya, M. T. Kogut, A. I. Grankina, E. I. Bogdanov, I. I. Rudnitskaya, O. G. Gimchinskiy, I. I. Moskovka, and V. N. Venger, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 8: 1041 (2006) (in Russian).
 7. A. I. Nizkova, *Dinamicheskie Effekty v Integral'noi Rentgenovskoi Difraktometrii Neideal'nykh Kristallov* [Dynamic Effects in Integrated X-Ray Diffractometry of Non-Ideal Crystals] (Thesis of Disser. for Dr. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine: 2004) (in Ukrainian).
 8. M. A. Krivoglaz, *Difraktsiya Rentgenovskikh Luchei i Neitronov v Neideal'nykh Kristallakh* [X-Ray and Neutron Diffraction in Non-Ideal Crystals] (Kiev: Naukova Dumka: 1983) (in Russian).
 9. P. H. Dederichs, *Phys. Status Solidi*, **23**: 377 (1967).
 10. V. V. Ratnikov, Eh. K. Kov'ev, and L. M. Sorokin, *Fizika Tverdogo Tela*, **26**, No. 7: 2155 (1984) (in Russian).
 11. V. V. Ratnikov and L. M. Sorokin, *Fizika Tverdogo Tela*, **26**, No. 11: 3445 (1984) (in Russian).
 12. Arthur Beiser, *Perspectives of Modern Physics* (New York–St. Louis–San Francisco–Toronto–London–Sydney: McGraw-Hill Book Company, Inc.: 1969).
 13. V. B. Molodkin, V. V. Nemoshkalenko, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, E. V. Pervak, G. E. Ice, and B. C. Larson, *Integral'naya Rentgenovskaya Difraktometriya Nesovershennykh Monokristallov pri Sovmestnom Ispol'zovanii Geometriy, Difraktsiy po Laue i Braggu, a Takzhe Zhyostkogo i Myagkogo Rentgenovskikh Izlucheniy* [Integrated X-Ray Diffractometry of Imperfect Monocrystals at the Sharing Geometry, Laue and Bragg Diffractions, and Also Hard and Soft X-Ray Radiations] (G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of N.A.S. of Ukraine: 1998) (Preprint UNSC 1) (in Russian).
 14. V. B. Molodkin, V. V. Nemoshkalenko, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, E. V. Pervak, A. I. Grankina, G. E. Ice, and B. C. Larson, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **22**, No. 3: 3 (2000) (in Russian).
 15. V. B. Molodkin and E. A. Tikhonova, *Fizika Metallov i Metalloved.*, **24**: 385 (1967) (in Russian).
 16. V. B. Molodkin, *Fizika Metallov i Metalloved.*, **27**, No. 4: 582 (1969) (in Russian).

17. V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskii, and M. E. Osinovskii, *Metallofizika*, **5**, No. 5: 3 (1983) (in Russian).
18. V. B. Molodkin, *Klassifikatsiya Defektov Kristalla po Ikh Vliyaniyu na Difraktsiyu Izlucheniya v Ramkakh Dinamicheskoi Teorii Rasseyaniya* [Classification of Crystal Defects by Their Influence on Radiation Diffraction within the Dynamical Scattering Theory] (Kiev: 1976) (Preprint IMF 76.4) (in Russian).
19. S. V. Dmitriev, *Dinamicheskaya Teoriya Ekhstinktsionnykh Ehfektov Diffuznogo Rasseyaniya* [Dynamical Theory of Extinction Effects of Diffuse Scattering] (Dissertation for Cand. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine: 2006) (in Ukrainian).
20. L. I. Datsenko, V. B. Molodkin, and M. E. Osinovskiy, *Dinamicheskoe Rasseyanie Rentgenovskikh Luchej Real'nymi Kristallami* [Dynamical Scattering of X-Ray by Real Crystals] (Kiev: Naukova Dumka: 1988) (in Russian).
21. M. A. Krivoglaz, *Fizika Metallov i Metalloved.*, **12**: 465 (1961) (in Russian).
22. M. A. Krivoglaz, *Diffuse Scattering of X-Ray and Neutrons by Fluctuations* (Berlin: Springer: 1996).
23. M. A. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals* (Berlin: Springer: 1996).
24. S. I. Olikhovskii, V. B. Molodkin, E. N. Kislovskii, E. G. Len, and E. V. Pervak, *Phys. Status Solidi B*, **231**, No. 1: 199 (2002).
25. V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskii, S. V. Dmitriev, E. G. Len, and E. V. Pervak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 7: 947 (2006) (in Russian).
26. A. P. Shpak, M. V. Kovalchuk, V. B. Molodkin, V. L. Nosik, V. F. Machulin, S. I. Olikhovskii, A. I. Nizkova, S. V. Dmitriev, A. A. Belotskaya, E. I. Bogdanov, Ya. V. Vasilik, A. I. Grankina, M. T. Kogut, V. V. Molodkin, E. V. Pervak, and I. I. Rudnitskaya, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **32**, No. 10: 1301 (2010) (in Russian).
27. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, E. I. Bogdanov, S. E. Bogdanov, A. I. Grankina, M. T. Kogut, V. P. Krivitskii, Yu. N. Prasolov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 4: 521 (2002) (in Russian).
28. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, E. I. Bogdanov, S. E. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, T. E. Korochkova, M. T. Kogut, and Yu. N. Prasolov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 5: 585 (2002) (in Russian).
29. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, E. I. Bogdanov, S. E. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, T. E. Korochkova, M. T. Kogut, and Yu. N. Prasolov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 7: 969 (2002) (in Russian).
30. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, E. I. Bogdanov, S. E. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, T. E. Korochkova, M. T. Kogut, Yu. N. Prasolov, and I. I. Rudnitskaya, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 8: 1089 (2002) (in Russian).
31. A. P. Shpak, V. B. Molodkin, and A. I. Nizkova, *Usp. Fiz. Met.*, **5**: 51 (2004) (in Russian).
32. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, E. I. Bogdanov,

S. E. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, V. M. Popov,
T. E. Korochkova, M. T. Kogut, Yu. N. Prasolov, I. I. Rudnitskaya, and
V. N. Venger, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 5: 601 (2006) (in
Russian).

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine

¹ Fig. 1. The normalized azimuthal dependence (AD) of total integrated intensity of dynamical diffraction (TIIDD) of X-ray obtained experimentally (●) and calculated (solid line) within the framework of existing theoretical model for crystals with defects with the sizes comparable with extinction length of X-rays.

² Fig. 2. The scheme of a three-layer model of dynamical diffraction in heterogeneous systems taking into account defects in dynamically scattering volume.

³ Fig. 3. Angular distribution of coherent and diffuse components of the intensity of X-ray scattering by the dynamically scattering crystal volume, where I_{H+q}^D is a dynamical diffuse scattering intensity, I_{\max} is a maximal intensity of diffuse-scattered X-rays, I_H^B is an intensity of dynamically diffracted Bragg rays in the Bragg diffraction region.

⁴ Fig. 4. The AD of integrated intensities ($\rho = R_i/R_i^{\text{dyn}}$) of the Bragg-diffraction for asymmetrical (660)- AgK_α -reflections, corresponding to planar precipitates of Cu_3Si with $R_{\text{cl}} = 0.63 \mu\text{m}$, $c_{\text{cl}} = 8.59 \cdot 10^{-13}$ (solid curves) and spherical precipitates of Cu_3Si with $R_{\text{cl}} = 0.034 \mu\text{m}$, $c_{\text{cl}} = 2.49 \cdot 10^{-12}$ (dashed curves). Relative deformation at the Cu_3Si cluster boundaries is $\varepsilon = 0.13$ [31, 32].

⁵ Fig. 5. Azimuthal dependences of interferential absorption coefficient (solid line) and radius of sphere (dashed line), which bounds the region around the reciprocal lattice site where the diffuse scattering occurs, for homogeneous distributed defects (HDD) with an average radius $R_0 \ll \Lambda$.

⁶ Fig. 6. The same as in the previous figure, but for $R_0 \geq \Lambda$.

⁷ Fig. 7. The dependences of an asymmetry degree of AD of the normalized TIIDD, $\eta = \rho_{130^\circ}/\rho_{50^\circ}$, on an average radius of defects for $\rho_{90^\circ}(220) = 1.25$ (solid curve) and $\rho_{90^\circ}(220) = 2.75$ (dashed curve).

⁸ Fig. 8. Calculated, for different values of the average radii of HDD, (curves) and experimental (●) AD of the normalized TIIDD of the monocrystal Si sample for (220) Bragg-reflection of MoK_α -radiation, where $\Lambda_{90^\circ} = 60 \mu\text{m}$.

⁹ Fig. 9. Calculated AD of TIIDD, normalized to the integrated intensity of dynamic diffraction (IIDD) in ideal crystal, for monocrystal with disturbed surface layer (DSL) without defects,—solid curve,—and for monocrystal without DSL with uniformly distributed large dislocation loops—dashed curve.

¹⁰ Fig. 10. Calculated dependence (solid line) and experimental value (●) of the ratio ρ_{555}/ρ_{333} .

¹¹ Fig. 11. Calculated dependence of the ratio $\rho^{660}(\varphi = 130^\circ)/\rho^{660}(\varphi = 50^\circ)$ on R_{loops} (solid line) and value of $\rho^{660}(\varphi = 130^\circ)/\rho^{660}(\varphi = 50^\circ)$ (●) from experiment.