

## 观察单晶缺陷的 X 射线反射形貌技术

郭常霖

(中国科学院上海硅酸盐研究所)

晶体缺陷对晶体的许多性能有重要影响,因此研究单晶缺陷的数量、分布、性质及其与晶体性能的关系,对有目的地改进晶体质量有较大的意义。在观测晶体缺陷的方法中较常用的是扫描透射形貌术<sup>[1]</sup>,然而反射形貌术装置简单,摄影时间较短,有许多优点。特别是有两种情况需要用到反射形貌术:其一是研究半导体外延层和分光晶体表面层的晶体缺陷。在这些晶体中,表面层起重要作用。由于反射法 X 射

衍射晶面与晶体表面的夹角分别为  $\alpha, \beta, \delta$ , 显然有

$$\alpha = \theta - \delta,$$

$$\beta = \theta + \delta,$$

其中  $\theta$  为该衍射面的布拉格角,所以

$$\alpha + \beta = 2\theta.$$

若入射束宽度为  $W_0$ , 则晶片表面受照宽度为

$$p = W_0 csc \alpha.$$

为使形貌图有较好的分辨率,必须限制水平发散度,使得调节晶体可获得单一的  $K\alpha_1$  衍射。这种情形  $W_0$  不大,例如 0.2—1 mm。可见,要获得大面积形貌图,必须使  $\alpha$  尽量缩小。在  $\alpha$  为  $6^\circ$  时,  $p$  为  $W_0$  的十倍,所以一般  $\alpha$  要小于  $10^\circ$ 。另外,为使一束衍射线射到较厚乳剂层底片上时点的象

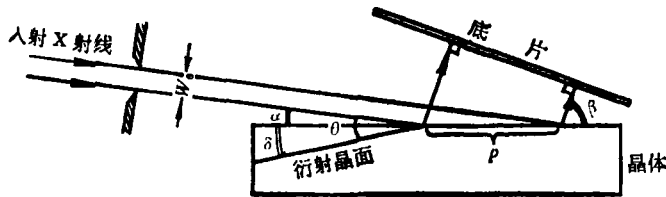


图 1

线穿透深度较小,一般为几微米,故能在形貌图中出现晶体表面薄层的形貌而不反映厚晶体内部状况;另一种情形是当晶体吸收很大,制备符合透射形貌术要求的薄晶体很困难,或希望保留厚晶体而不被破坏时要用到反射形貌术。很多重要的新晶体和半导体晶体如  $PbMoO_4$ ,  $LiTaO_3$ ,  $Bi_2GeO_{20}$ ,  $GaAs$  等吸收都很大。因此反射法有着重要的应用,值得推广。

不致扩大,一般要求底片与衍射线垂直,故底片上成像场宽为  $p \sin \beta$ 。可见形貌图在水平方向上为缩小的象,倍率为  $\sin \beta$ 。为尽量减小象的

反射 X 射线形貌术衍射几何如图 1 所示。在入射 X 射线、衍射 X 射线及衍射晶面法线三者共面的零层反射情形下,设入射线、衍射线及

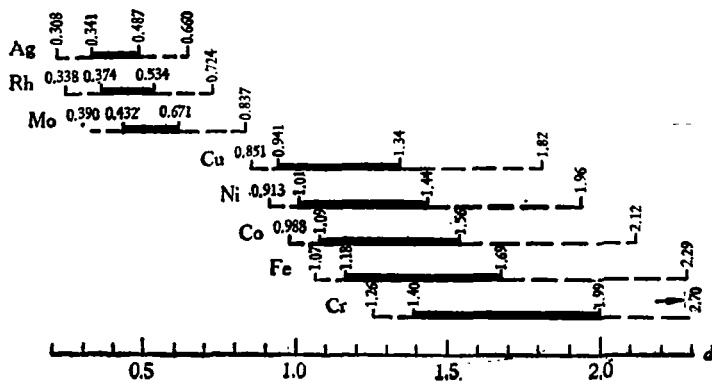


图 2

畸变,使底片能尽可能贴近底片,以提高分辨率,这就要使 $\beta$ 接近 $90^\circ$ 。由于反射法中入射线不会直接射到底片上,并且 $\theta$ 角大,不同晶面的衍射分离角大,故可不用第三光阑。综上所述,反射法一般需满足如下几何条件:

$$0^\circ < \alpha < 10^\circ; \quad 70^\circ < \beta < 100^\circ;$$

$$35^\circ < \theta < 55^\circ; \quad 30^\circ < \delta < 50^\circ.$$

可见,进行反射法实验之前,首先必须选择合适的衍射矢量(衍射晶面)和X射线波长(X射线管的靶)。

对各种常用靶,布拉格角 $\theta$ 在 $35^\circ$ — $55^\circ$ 范围内的对应的晶面间距 $d$ 值如图2所示(图中虚线区段对应于放宽的布拉格条件为 $25^\circ$ — $65^\circ$ )。由于一般晶体衍射较强的低密勒指数晶面的 $d$ 值都在 $1\text{ \AA}$ 以上,所以反射法一般用长波的靶,这与透射法正相反。从图2可知,一般适用于反射法的 $d$ 值在 $1$ — $2\text{ \AA}$ 之间。

若作出以晶片表面法线取向为极图中心的极射赤面投影图,则离中心 $30^\circ$ 到 $50^\circ$ 的两个圆之间的所有晶面都是符合 $\delta$ 角条件的面,在此范围外的则不能作衍射面,如图3所示。图3是立方晶系(001)极图。由图可知, $30^\circ$ — $50^\circ$ 的 $\delta$ 角区间已包含了比较多的低指数重要晶面。这是因为立方晶系对称性高,一般晶面的多重性因子高。在极图中,(001)—(101)—(111)球

面三角形区(全极图的 $1/48$ )包括了所有指数的晶面族。极图其他部分可由此三角形对称反映而来。然而在对称性较低的晶系中, $30^\circ$ — $50^\circ$ 角区包含的低指数晶面就很少,所以利用 $\delta$ 角条件选择可能用的衍射面是很重要的。

由此可见,选择衍射面和靶的方法是:根据该晶体的多晶衍射数据<sup>[2]</sup>中衍射线的 $d$ 值、晶面指数( $hkl$ )和相对强度,选择符合图2的 $d$ 值范围和图3的 $\delta$ 角范围的较强衍射晶面,再计算其 $\alpha, \beta$ 值,看是否符合上述的角度条件。如符合,则可选择。如有多个符合,则可选 $\alpha$ 值小和强度大者,或根据现有的X射线管靶的情况选择,避免经常换X射线管。

举较简单的立方晶系晶体GaAs为例。设晶片表面为(100)。分析步骤及结果如表1所示。按图2,3,除去不符合条件的晶面(即只要有一个 $\times$ 号的晶面)后,只留下五个晶面。计算后可知,其中的(220)及(531)两个衍射面的 $\alpha$ 角不符合条件。余下的三个衍射面分别可选用Fe靶和Cu靶,而以(331)衍射Fe靶为好,因 $2^\circ$ 的入射角可使照射宽度 $p$ 为入射束宽度 $W_0$ 的30倍,如 $W_0$ 为 $0.5\text{ mm}$ ,则可拍摄到 $15\text{ mm}$ 宽的晶体形貌图。

若晶片表面不是最低指数的晶面,手头上又没有以此晶面为中心的极图,也可用此晶体的任一标准极图。这时晶片表面极点不在极图中心。作等 $\delta$ 角的圆时,应先作此极点 $F$ 至中心 $O$ 的连线,然后以 $F$ 为中心,在两侧用乌尔夫网分别量 $\delta$ 角,得 $A, B$ 两点,再以 $\overline{AB}$ 为直径,其中点 $C$ 为圆心作一圆,该圆上各点离 $F$ 均为 $\delta$ 角(图4)。作 $\delta$ 角等于 $30^\circ$ 至 $50^\circ$ 的两个圆,中间区域晶面即为符合 $\delta$ 条件的面。三方晶系 $\text{LiTaO}_3$ (001)极图及晶片表面为(104)时 $\delta$ 角的作图方法见图4。

由衍射条件可知,两种晶体若结构类同,点阵参数相近,并具有同样的晶片表面指数,这时,反射形貌照相所用的衍射晶面和靶的选择均相同,例如 $\text{Si}(100)$ 晶片与 $\text{GaAs}(100)$ 晶片的情形。

在计算衍射几何和在形貌相机上调置晶体

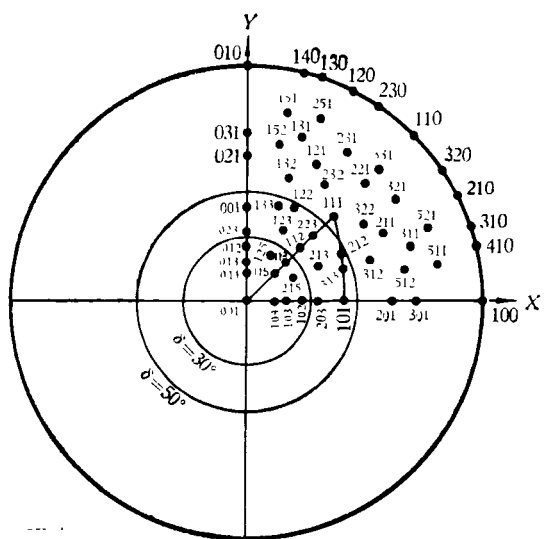


图3

表1 GaAs(100)晶片反射形貌术衍射面和X射线波长的选择

多晶衍射数据 <sup>[1]</sup> , JCPDS 卡片 14-45 <sup>1)</sup>		不符合几何条件的晶面		符合几何条件的晶面参数计算值				
$d$	$1/l_0^*$	(hkl)	$\theta$ 条件 $35^\circ < \theta < 55^\circ$	$\delta$ 条件 $30^\circ < \delta < 50^\circ$	$\delta$	$\theta$	$\alpha$	$\beta$
3.26	100	(111)	×	×				
2.832	<1	(200)	×	×				
1.999	35	(220)			45°	CrK $_{\alpha}$ 34.96°	—	—
1.704	35	(311)		×	(25.24°)	CuK $_{\alpha}$ 26.90°	1.66°	52.14°
1.413	6	(400)		×				
1.297	8	(331)			46.51°	FeK $_{\alpha}$ 48.32°	1.81°	94.83°
1.154	6	(422)			35.26°	CuK $_{\alpha}$ 41.92°	6.66°	77.18°
1.088	4	(333)		×				
0.9993	2	(440)			45°	CuK $_{\alpha}$ 50.48°	5.48°	95.48°
0.9556	2	(531)			32.31°	CuK $_{\alpha}$ 53.77°	—	—
0.8939	4	(620)	×	×				
0.8622	2	(533)	×					
0.8160	4	(444)	×	×				
0.7916	2	(711)	×	×				

\* 单晶与多晶同一面指数的衍射强度有时出入较大, 故多晶衍射强度只能作为参考。

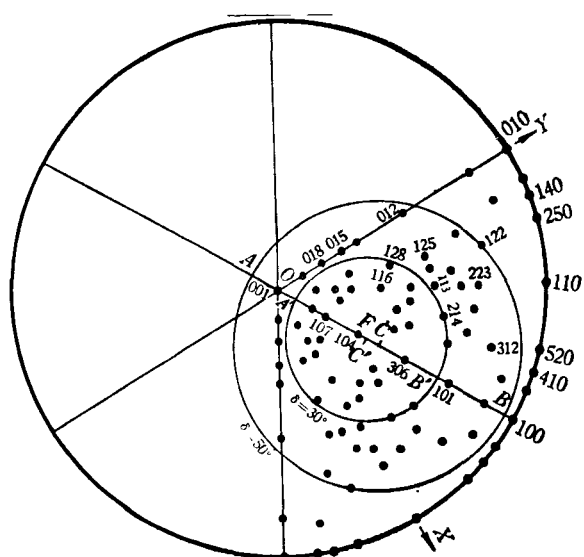


图 4

方位时, 应考虑到制作晶片可能引起的表面取向的误差。特别是当  $\alpha$  角小时, 应注意  $\alpha$  不能为负值。例如实际的 GaAs 晶片表面与(100)偏差  $3^\circ$  时, 如表 1 所选的(311)与(331)衍射面的  $\alpha$  角就可能为负值, 也可能为  $4^\circ$  左右, 取决于偏差的方位。可见, 晶片表面实际方位与晶面的偏差角及方位的数据, 对正确计算  $\alpha$  角和估计 X 射线照射面积有较重要的作用。有时为了加大照射面积, 还可以故意把晶片表面研磨成

与某一晶面倾斜一定的角度。

反射法的上述条件比较苛刻。有时选不到合适的衍射面或 X 射线照射面积不够大, 这时常采取牺牲一些分辨率的办法, 不要求底片与衍射线垂直。例如, 让底片接近与入射线平行, 或以能贴近晶体的方式安置, 放松  $\beta$  条件的限制。当然, 由于这时底片能更贴近晶体, 使分辨率得到一些补救, 并使象的畸变减小。这时, 几何条件甚至可放宽到

$$0 < \alpha < 10^\circ; \quad 50^\circ < \beta < 120^\circ;$$

$$25^\circ < \theta < 65^\circ; \quad 20^\circ < \delta < 60^\circ.$$

这使衍射面的选择比较容易。例如对 GaAs(100) 晶片, (311) 衍射面的  $\beta$  角小于  $70^\circ$ , 不符合原来条件(表 1); 但(311)衍射很强,  $\alpha$  角很小, 若按放宽的条件, 则可作反射法的衍射面。

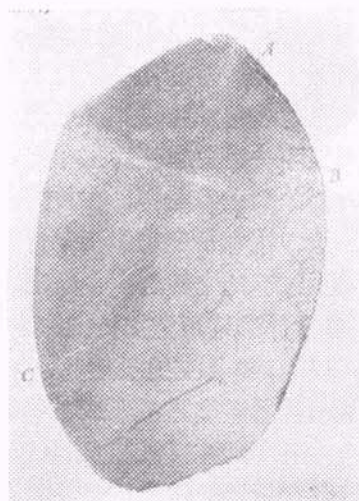
即使  $\alpha$  为  $6^\circ$  角, 一般照射宽度  $p$  也只有 10 mm 或更小, 对更大的晶片仍不合适, 这时只能采用扫描反射形貌术的办法。其原理与扫描透射法<sup>[2]</sup> 相同, 相机亦可直接利用扫描透射法相机。扫描法摄影面积只与扫描行程有关而与  $\alpha$  角无关, 故可放宽  $\alpha$  角的限制, 如  $\alpha$  角可允许大到近  $30^\circ$  角。

图 5 和 6 是反射形貌术的实例。由于晶片宽 20—30 mm, 故都用扫描反射法。图 5 是 LiF



图 5

(100) 解理面晶片的反射形貌图 [CrK $\alpha$  辐射, (220)反射,  $\delta = 45^\circ$ ,  $\theta = 53.35^\circ$ ,  $\beta = 98.35^\circ$ ,  $\alpha = 8.35^\circ$ , 放大倍数为  $\times 2.3$ ]. 图中可看到许多大的亚晶粒因相互间取向有微小的差异而形成的衍射衬度, 晶粒间界  $E$  十分明显. 图中右部白色的狭长条  $C$  及三角形部分  $D$  为双晶区, 交界线的取向为  $[100]$  和  $[110]$ . 由于双晶区与基体部分取向不同, 不满足衍射条件, 故为白色. 白的宽曲带为解理晶体时产生的高低不平的解理阶梯, 白的曲线  $A$  为表面微划痕. 由于反射法穿透深度小, 对表面微损伤的反映很灵敏. 图 6 是 GaAs (100) 晶片的形貌图 [CuK $\alpha$  辐射, (311)反射,  $\theta = 26.90^\circ$ ,  $\delta = 25.24^\circ$ ,  $\beta = 52.14^\circ$ . 理论计算的  $\alpha = 1.66^\circ$ . 由于晶片表面与 (100) 有偏离, 故实际的  $\alpha$  约为  $5^\circ$ . 图中边缘  $A$  是晶片



GaAs (100) 晶片反射形貌图 [CuK $\alpha$  辐射, (311)反射,  $\times 3$ ]

图 6

加工后留下的自然生长外形, 一些黑的线 (如  $B$ ) 为接近表面的缺陷, 白的线  $C$  是表面损伤划痕. 可见用于反射法的晶片其表面加工处理是很重要的一环, 在机械切割、研磨和仔细抛光后, 要用化学抛光等手段去除表面残余的损伤层.

### 参 考 文 献

- [1] A. R. Lang, *J. Appl. Phys.*, **30**(1959), 1748; *Acta Cryst.*, **12**(1959), 249.
- [2] L. G. Berry, *The Powder Diffraction File*, Compiled by Joint Committee on Powder Diffraction Standards, (1977).

## 一个静电式电子能量分析器系统

许自图

陈基辅

张水顺

(中国科学院贵阳地球化学研究所) (中国科学院沈阳科学仪器厂) (中国科学院电子学研究所)

电子能谱技术是近年来迅速发展的表面物理研究手段及化学成分与结构的有力分析工具. 它的基本思想是测量在各种激发 (如 X 射线、紫外光、电子、离子) 下由物质表面逸出的电子动能谱, 据以推断物质的电子能级结构, 由之探讨有关的物理、化学问题<sup>[1]</sup>. 准确测定电子动能谱当然是电子能谱仪器的最基本的要求

物理

了. 由于实际所要测量的是低能 (2000 eV 以下) 电子, 采用静电式能量分析器有显著的优点, 主要是可以安排得很紧凑, 工作体积小, 便于采用  $\mu$  金属屏蔽来消除外磁场的干扰. 常用的静电式能量分析器如: 同心球面电容器、同轴圆柱面及同轴圆柱镜分析器等, 它们的基本原理可参见文献 [1]. 它们的共同特点是: 对