

三元系 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ 和 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 单晶缺陷的 X 射线衍射貌相检验

于福聚

(中国科学院上海技术物理研究所)

一、引言

三元系 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ 和 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 单晶是重要的大气透射“窗口”红外探测器材料。 $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ 又是可调红外激光器的重要材料。与锗、硅及二元化合物(或固溶体)相比,该三元化合物在长晶过程中,组分分凝严重,结构完整性差,难以制得结构完整、组分均匀的大单晶。

$\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ 和 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 中常见的缺陷是:沉淀相、组分偏析、位错、滑移带、亚晶界、大角晶界、孪晶、晶面弯曲、多边形化的亚结构、高度应变区等。用 X 射线衍射貌相术研究这类缺陷,除非破坏性外,还有对晶格畸变高灵敏度等优点^[1]。L.N.Swink 和 M.J. Bran^[2] 曾用劳厄背射貌相术检验这种晶体,我们也曾采用该方法。这种方法具有快速并能同时拍得不同晶粒照片的特点,但由于使用连续 X 射线,使分辨率受到限制。本文所介绍的工作由于采用朗氏相机,使分辨率大为提高。

二、实验方法

该两种材料的质量吸收系数 μ_m 均较大(当 $\mu_m t = 1$ 时, CuK_α 穿透 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ 的厚度为 $5.4\mu\text{m}$, 穿透 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 的厚度为 $5\mu\text{m}$, 其中 t 为材料厚度),故皆采用反射法。为使照片外形与样品外形相对应,并减少畸变,我们选用高级衍射,并使底片平行于样品表面。对拍摄貌相图的样品($\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$)表面进行机械化学

抛光或电化抛光,以去除损伤层,显露平整的真实晶体表面。用 $1 \times 1\text{mm}^2$ 和 $0.3 \times 0.3\text{mm}^2$ 的 Cu 靶 X 射线点光源和 A-3 型相机。

三、实验结果及分析

考虑到 X 射线衍射成象时穿透深度小和晶体完整性的限制,用 X 射线衍射的运动学原理来解释该两种晶体的衍射成象,可对其貌相图进行分析和解释^[3]。

1. 亚结构^[4]

$\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ CZ-30 晶片 $\text{CuK}_\alpha(333)$ 反射貌相图,见图 1。它显示出麻点状黑白交替的小区域,即所谓多边形化的亚结构。该衬度是构成单晶的各小嵌镶块晶粒衍射所形成。因入射 X 光束约有 $2-3'$ 的发散度,取向差为数秒至数分的嵌镶块所衍射的光束构成了麻点状衬度。该衬度并不是由组分偏析所导致的。其根据是:由韦加定律^[5]可知(见图 2), $\text{Hg}_x\text{Cd}_{1-x}\text{Te}$ 固溶体中 HgTe 的成分 $x = \frac{a_x - a_A}{a_B - a_A}$, 其中 a_A 为 HgTe 的晶格常数^[6,7], a_B 为 CdTe 的晶格常数, a_x 为成分 x 所对应的晶格常数。代入布喇格方程 $2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$, 得到 $\theta_x = \sin^{-1}\left(\frac{C \cdot D}{C + D}\right)$, 其中 $C = \frac{1}{(\sin\theta_A/\sin\theta_B) - 1}$, $D = \sin\theta_A$, 对指定的 X 射线波长 λ 和晶面指数 hkl , C 和 D 为常数。若三元固溶体 $\text{Hg}_x\text{Cd}_{1-x}\text{Te}$ 中 x 值变化 $\Delta x = 0.01$ (例如 Cd 含量由 0.20 变化到 0.19), 所对应 $\text{CuK}_\alpha(333)$ 反射的布喇

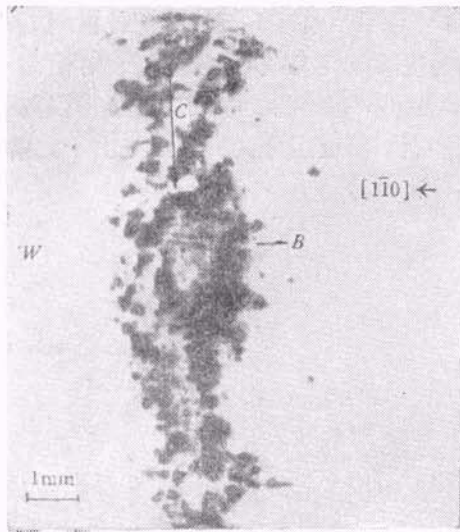


图1 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te CZ-30}$ 晶片 $\text{CuK}\alpha_1(333)$ 反射貌相图 [W为无衬度区,是另一晶粒; B为划痕; C箭头所示为电子探针扫描分析区域,该区的 Cd 含量无变化; 黑白交替区即麻点状亚结构]

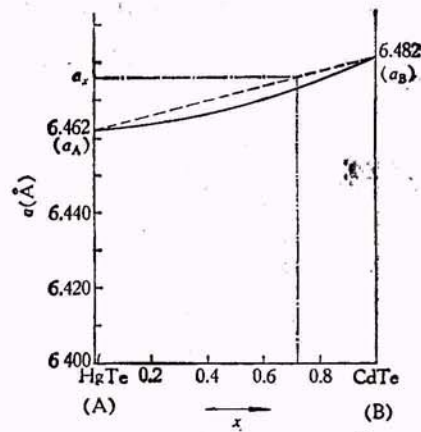


图2 韦加定律应用于三元系 $\text{Hg}_x\text{Cd}_{1-x}\text{Te}$ 示意图

格角的差值 $\Delta\theta_x = 0.0014^\circ \approx 5''$, 而实验测定 $\text{Hg}_x\text{Cd}_{1-x}\text{Te}$ 衍射峰半宽度 $\Delta\theta_x$ 较大 (约 $2-3'$), 所以 $5''$ 不足以形成衬度. 另外用电子

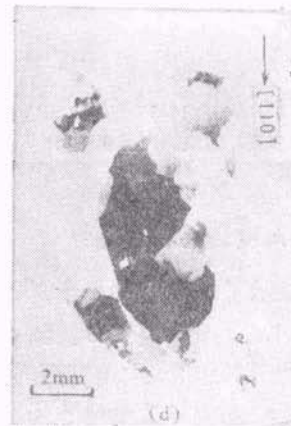
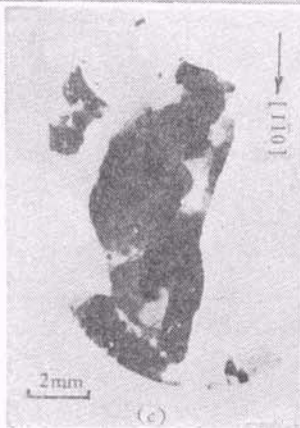
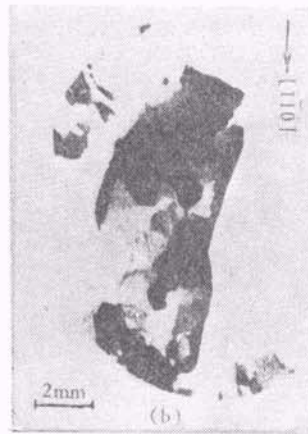
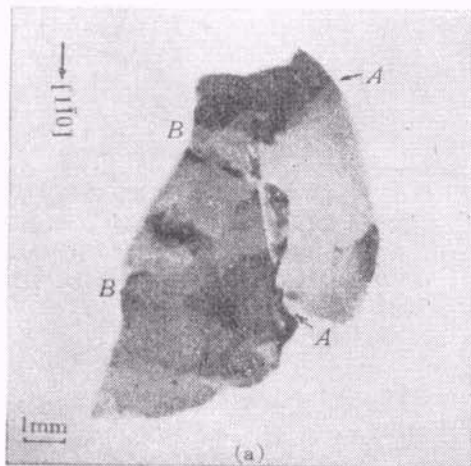


图3 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.1}\text{Te D7814-A11}$ 圆晶片不同晶粒的 $\text{CuK}\alpha_1(440)$ 反射貌相图

(a) 圆晶片中某一晶粒的貌相图, AA 为镶嵌晶粒的亚晶界, BB 为大角度晶界 (b), (c), (d) 为该圆晶片中另一晶粒的貌相图 [其中 (b) 是起始角度时的貌相图, (c) 是绕 $[1\bar{1}0]$ 轴旋转 $3'$ 时的貌相图, (d) 是绕 $[1\bar{1}0]$ 轴旋转 $6'$ 时的貌相图]

探针扫描分析黑白衬度区的一段C, 也没发觉Cd含量偏差. 由此可知, 黑白交替区反映出亚结构的衬度.

Hg_{0.8}Cd_{0.2}TeD7814-A11晶片(440)反射貌相图[图3(a)], 呈现鳞片状的亚结构, 清晰地显示出构成单晶的各“镶嵌晶粒”及镶嵌块的亚晶界, 镶嵌块的取向差应为数分(一般应小于3′). 较大灰色均匀衬度区为较完整区域. 对该圆晶片的另一晶粒, 依次绕[110]轴转动3′拍得了不同衬度镶嵌块的照片, 估测到3′和小于6′的亚晶界[图3(b)–(d)].

Hg_{0.8}Cd_{0.2}TeD7834-34晶片(004)反射貌相图(图4)中圆片边缘亚结构严重, 是长晶时锭条受石英管壁热应力而引起的. 图1, 3, 4中亚结构的生成原因, 除锭条和石英管壁的热应力之外, 也可能是再结晶过程中, 长大的晶粒的内部应力使晶面多边形化的结果.

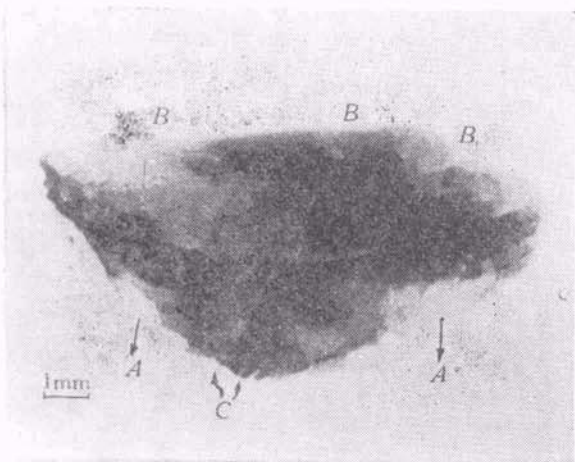


图4 Hg_{0.8}Cd_{0.2}TeD7834-34晶片CuK_{α1}(004)反射貌相图(AA为圆片边缘的严重亚结构; BB为大角度晶界; C为划痕)

2. 亚晶界, 大角度晶界和李晶界

图3中显示了取向差约小于3′的各镶嵌晶粒的亚晶界AA. 图3中BB, 图4中BB为取向差至少大于3′的“大”角度晶界. 图5中显示出孪生晶粒A和基体晶粒间的晶界(李晶界)^[6]. 由图5G区拍摄的劳厄背衍射斑点如图6所示. 基体晶粒和孪生晶粒间的晶体学关系如图7所示. 孪生晶面为(111), 孪生方向

为[112]. 图5中Cd沉淀的部位说明(李)晶界处易生成沉淀等缺陷. 生成沉淀相是因为HgTe和CdTe相图的固液相线分得很宽^[9], 由液相到固相出现组分偏析, 或是由于元素材料未参与化合.

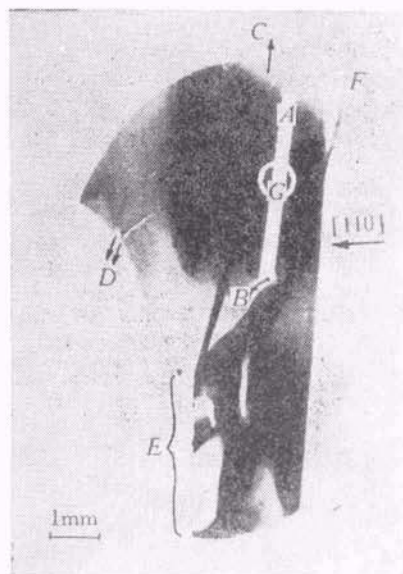


图5 Hg_{0.8}Cd_{0.2}TeD7701-5晶片CuK_{α1}(004)反射貌相图[A为孪生晶粒; B为Cd沉淀(金相显微镜观测直径有数十微米); C为抛光不平导致的衬度; D为划痕; E为亚结构; F为外界引入的衬度; G为拍摄孪晶衍射斑点的区域]



图6 由图5G区拍摄的劳厄衍射斑点
● 基体晶粒衍射斑点; ■ 孪生晶粒衍射斑点

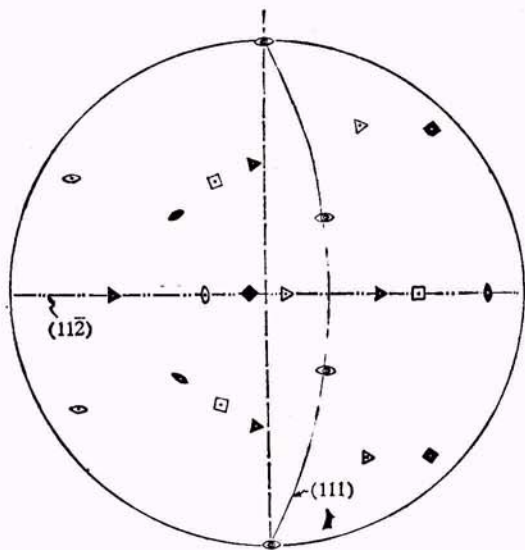


图7 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ D7701-5 晶片基体晶粒和孪生晶粒之间的晶体学关系
 ●▲■ 代表基体晶粒;
 ○△□ 代表孪生晶粒;
 ⊙▲■ 为两者公有

3. 晶面弯曲, 滑移带

$\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 晶片 $\text{CuK}\alpha_1(006)$ 反射貌相图^[10](见图8)中出现两条黑带,反映了 $[\bar{1}10]$ 方向存在的晶面弯曲,弯曲量约 $2-4'$,对应的曲率半径约 $5-10\text{ m}$ 。这可能是长晶过程中受单向应力而导致的。而同一晶片以图8方位为基准,以 $[001]$ 为轴旋转 90° 的貌相图却未反映

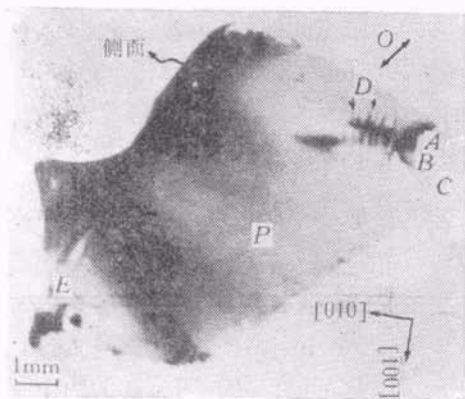


图8 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 5H3A 晶体 $\text{CuK}\alpha_1(006)$ 反射貌相图 [A, B, E 为损伤区; P 为较完整区(灰色背景); O 为晶面弯曲的 $[\bar{1}10]$ 方向; C 为高度应变区(未成象); D 为滑移带]

物理

出晶面弯曲。得出的照片如图9所示,出现了许多沿 $[\bar{1}00]$ 方向的滑移带D,原有应变区A和镊子划伤区B已交组在一起(金相观察A, B区是分开的)。此处还可看出A, B两区的损伤效果相同。图8, 9中A区和B区的形状不同,说明应变场非球形对称。滑移带D中各带并不完全平行,可能是由于受外力作用产生应变后相邻区域有小角度应变取向差。

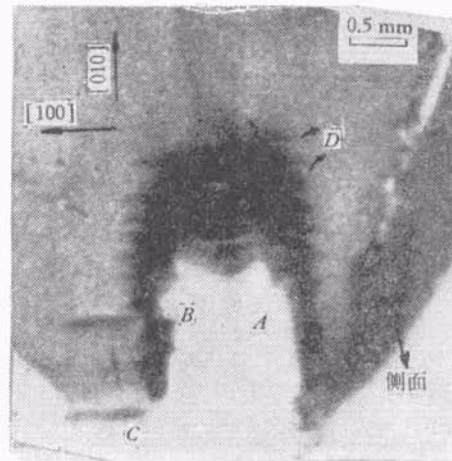


图9 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 5H3A 晶体自图8方位,以 $[001]$ 为轴右旋 90° 后的 $\text{CuK}\alpha_1(006)$ 反射貌相图 (A 为原有应变区; B 为镊子划伤区; C, D 同图8的说明)

四、讨论

图8, 9显示出 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 晶体由位错所导致的晶面弯曲和由位错组成的滑移带。但因 $\text{Pb}_{0.8}\text{Sn}_{0.2}\text{Te}$ 和 $\text{Hg}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Te}$ 的质量吸收系数较大,要显示与表面薄层成大角度的单个位错线较困难,观测单个位错线又受晶体完整性和相机分辨率的限制。但是反射貌相术检测上述几种缺陷是有效的,虽然因晶体完整性关系,貌相图上的某些衬度不易确切解释。

本工作是由我所140组和150组提供样品,并得到何钜华、赵惠荣及上海科技大学高祥洪等同志的帮助,特致谢意。

参 考 文 献

- [1] B. K. Tanner, X-Ray Diffraction Topography, Pergamen Press (1976), 96, 113.
- [2] L. M. Swink and M. J. Bran, Metallurgical

Transaction, 1(1970), 629.

- [3] S. Amelinekx, R. Gevers et al., Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science. (1970), 1.
- [4] Howard F. McMurdie, Advances in X-Ray Analysis, 20(1977), 231, 247.
- [5] R. F. Bis and J. R. Dixon, J. Appl. Phys., 40 (1969), 1918.
- [6] R. K. Willardson et al., Semiconductors and Semimetals, 5(1970), 111.

- [7] J. Blair and R. Newnham, Metallurgy of Elemental and Compound Semiconductors, Interscience, New York, 12(1961), 393.
- [8] 许顺生, 金属X射线学, 上海科学技术出版社, (1962), 374.
- [9] J. L. Schmit and C. J. Speerscheider, Infrared Phys., 8(1968), 247
- [10] Sidney G. Parker, Journal of Electronic Materials, 5-5(1976), 505.

电磁波吸收体测量的新方法——矩形波导测试法

吴 大 伟

(上海有线电厂研究所)

一、导 言

近年来, 吸收体已大量用于建造电磁无回波室^[1], 并在雷达、通信、航空、空间、微波、红外、激光、电子对抗以及非电离辐射防护等技术中得到广泛的实际应用。然而, 要研制优质吸收体或改进现有材料, 则必须积极开展其主要电参数——反射率电平的测试工作。同时, 实验测量又是检验材料性能优劣的唯一手段^[2]。

最近发展了一类将样品置于电磁波传输线中的新式测量方法。美国密执安大学希亚特(Hiatt)等人首先提出在矩形波导内测量吸收体反射率的设想^[3,4]。本文将详细讨论电磁波吸收体反射率电平的矩形波导测试法。与经典的自由空间测试法^[1,2]相比, 本方法是将被测样品置于一个由H面极化扩展波导过渡器所激励的

封闭式矩形波导段内, 于是原则上消除了外界电磁干扰和样品边缘绕射的影响, 并可节约被测样品的使用量。此外, 波导法占用测试场地较小, 且不必在无回波室中进行测量。由此可见, 波导测试法在某些方面要比自由空间法优越。

二、测量原理

众所周知, 直角坐标系中矩形波导内H₁₀型波电场分量可写为^[5]

$$E_y = jk \frac{\pi}{a} \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) e^{-j(\omega t + \gamma z)}, \quad (1)$$

其中 k 为自由空间波数, a 为波导宽度, ω 为角频率, t 为时间, γ 为传播常数, x, y, z 为直角坐标。

将式(1)中的正弦函数用欧拉公式化成指数形式, 并令 $\frac{\gamma}{k} = \sin \varphi$, 略去常数和

时间因子, 则式(1)可改写成

$$E_y = -e^{-jk(-z \cos \varphi + z \sin \varphi)} + e^{-jk(x \cos \varphi + z \sin \varphi)} = E_{y_1} + E_{y_2}.$$

由此可见, E_y 可分解为两个平面波(部分波) E_{y_1} 和 E_{y_2} 。

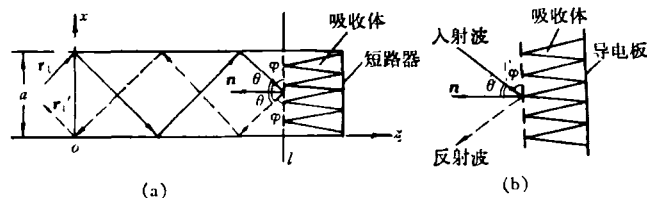


图1 矩形波导内一个部分波与自由空间中平面波的等效

- (a) 为部分波对吸收体的人射和反射;
- (b) 为平面波对吸收体的人射和反射

1) 本文所用 z 坐标轴方向与文献[5]中相反。