

- 1093.
- [7] A. Hardvik et al., *Appl. Opt.*, **16**(1977), 101.
- [8] D. Fournier et al., *Appl. Opt.*, **21**(1982), 71.
- [9] M. Robin et al., *J. Chem. Phys.*, **60**(1974), 423.
- [10] Hiroshi Tokumoto et al., *J. Phys. Soc. Jpn.*, **50-2**(1981), 602.
- [11] 王桂芬等, *激光*, **8-1**(1981), 33.
- [12] A. Rosencwaig, *Phys. Today*, **28-9**(1975), 23;
A. Rosencwaig et al., *Appl. Phys.*, **47**(1976), 64.
- [13] E. E. Marinero and M. Sture, *Opt. Commun.*, **30-3**(1979), 349.
- [14] A. Di Lieto et al., *Opt. Commun.*, **31**(1979), 25.
- [15] Liadsay B. Lloyd et al., *Review of Sci. Instruments*, **51-11**(1980), 1488.
- [16] Joseph J. Barrett and Michael J. Berry, *Appl. Phys. Lett.*, **34-2**(1979), 144.
- [17] 张春平等, *激光科学与技术*, **4-5**(1981), 1.
- [18] 李增发等, *激光*, **9-3**(1982), 179.
- [19] A. Rosencwaig, *Am. Lab.*, **11**(1979), 39.
- [20] A. Rosencwaig, *Science*, **181**(1973), 657.

同步辐射 X 射线形貌及其应用

刘 琳

(中国科学院物理研究所)

方法新的研究领域。

一、前 言

晶体材料在国民经济和国防上的重要作用日益明显,因而对晶体质量提出了越来越高的要求。为了判断晶体质量的好坏,人们发展了各种各样的质量检查方法,其中 X 射线形貌方法是一种非破坏的检查方法,它得到越来越广泛的应用^[1,2]。然而用 X 射线形貌方法检查晶体远没有象用光学显微镜那样方便,因为它要求精确地调节晶体的取向以得到布喇格反射。人们感到更不方便的是,用普通 X 射线形貌方法检查晶体时的曝光时间太长,少则几小时,多则几天。为了得到晶体缺陷更全面的信息,有时不只要拍摄一张形貌相,而且要拍摄几个不同反射的形貌相,这就要用几天甚至一个月时间,才能完成一套形貌相的拍摄工作,这显然是不方便的。同时,如果人们想要研究一些动态现象(如位错的运动,磁畴的迁移等),在这样长的曝光时间里,也无法得到清晰的形貌相。

高强度同步辐射 X 射线出现后,给 X 射线形貌方法的发展带来了新的前景。它使拍摄形貌相的曝光时间大为缩短,因而人们就可以拍摄一些动态过程的形貌相,而且由于同步辐射 X 射线的其他一些特点,还开辟了 X 射线形貌

二、同步辐射 X 射线的特点

关于同步辐射的产生及性质已有许多文章介绍过^[3],这里只介绍一些与 X 射线形貌方法有关的特点。

1. 连续光谱

同步辐射具有连续的光谱,可以从几分之一 Å 到红外波段,其最短波长由下式给出:

$$\lambda_{\min} = \frac{r}{3} \left(\frac{m_0 c^2}{E} \right)^3, \quad (1)$$

其中 r 为加速器磁铁的半径, m_0 为电子的静止质量, E 为电子的能量, c 为光速。同步辐射产生的 X 射线与普通 X 光机产生的 X 射线是不一样的。普通 X 光机产生的 X 射线是在一个连续谱上迭加了几个特征辐射,这些特征辐射的强度比连续谱的其他部分要强得多,普通 X 射线形貌方法正是利用了这种特征辐射。对于 X 射线工作者来说,同步辐射中包括了软的和硬的 X 射线波段。人们可以利用单色器在连续谱中选择自己所需要的 X 射线波长,这对提高形貌相的分辨率和避开某些元素的吸收边是有好处的。

2. 辐射强度高

在圆形轨道上运动的电子其辐射强度为

$$I = \frac{2e^2c}{3r^2} \gamma^4, \quad (2)$$

其中 $\gamma = \frac{E}{m_0c^2}$, e 为电子电荷。可见, 辐射强度随电子所具有的能量增加而很快地增加。

在 X 射线波段, 同步辐射 X 射线的强度要比普通 X 光机发出的 X 射线强得多。就连续的韧致辐射来说, 同步辐射 X 射线为普通 X 射线的 10^6 — 10^7 倍; 就特征辐射来说, 前者为后者的 10^4 — 10^5 倍。为了得到高强度的 X 射线源, 人们设计制造了转靶 X 光机, 这在 X 射线强度上有了一个飞跃, 但同步辐射 X 射线仍为转靶产生的特征辐射的 10^2 — 10^3 倍。由于设备的千差万别, 进行这样的比较是很困难的, 比较只能是大概的, 但这种比较可以使我们看到同步辐射 X 射线强度之高, 不是一般 X 射线能比较的。正是由于同步辐射 X 射线有这样高的强度, 才使得拍摄同步辐射 X 射线形貌相所用的曝光时间大为缩短, 过去几天几小时的工作只要几分钟或几秒钟就完成了。这样短的曝光时间就允许用此方法来研究一些动态现象, 例如相变过程, 畴的迁移过程、外加应力引起的应变过程等。

3. 光束发散小

在短波波段, 同步辐射 X 射线发散角的半宽可用下式来表示:

$$\phi \approx m_0c^2/E, \quad (3)$$

可见光束的发散角与电子能量成反比, 电子能量越大, 发散角越小。对一个 5 GeV 的加速器, 发散角约为 10^{-4} rad, 而在 Lang 形貌法中, 经过准直的 X 射线, 其发散角约为 5×10^{-4} rad。因而利用同步辐射 X 射线, 不经准直就可以直接拍摄 Lang 形貌相。

光束发散角小时, 就允许加大样品与底片之间的距离而保持足够好的分辨率。样品与底片之间距离加大了, 就可以有一定的空间来安装必要的设备, 用来研究在某些条件下样品的性能。例如, 研究材料在外加磁场作用下的性能, 拍摄材料在高温和低温下的形貌相, 拍摄升温 and 降温过程中材料性能变化的形貌相等。对

于一般的 X 射线形貌方法, 为了保持足够的分辨率, 要求样品和底片之间的距离尽可能小(例如 1 厘米), 在这样小的距离之内安装其他设备来实现研究条件是很困难的, 有时甚至是不可能的。

4. 光线是偏振的

同步辐射在其轨道平面内是百分之百偏振的。同步辐射的这一特性使它可以用来研究晶体的各向异性和极性晶体的性能, 从而为 X 射线形貌技术开辟了新的研究领域。

三、同步辐射 X 射线形貌

高强度同步辐射 X 射线在形貌技术上的应用, 使形貌技术出现了一些新的特点。以前普通形貌技术所适用的一些理论在同步辐射形貌技术上就要有相应的修正和发展。这门新兴的技术正在发展之中, 本文只给出目前的概况。按所使用波长范围的不同, 同步辐射 X 射线形貌可以分为白光形貌和单色光形貌。现分别介绍如下:

1. 白光形貌

这是目前应用较广泛的一种形貌方法^[4,5]。根据布喇格公式 $2d \sin \theta = n\lambda$, 当一束白色 X 射线照到晶体上, 晶体中同时会有几组不同的反射面各自选取合适的波长进行反射。这就是大家熟悉的劳厄方法。很早以前就有人利用劳厄斑点的结构来检查晶体的完整性, 但只是在

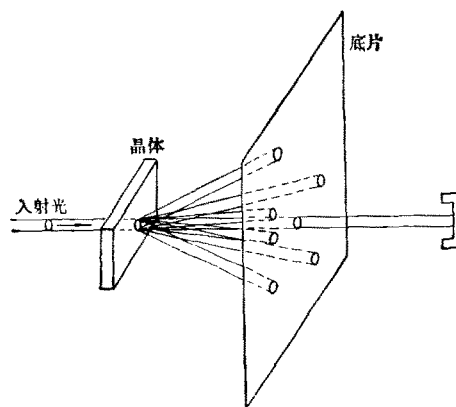


图1 白光透射形貌示意图

有了准直性好、光束面积大的同步辐射 X 射线以后，劳厄斑点才能拍摄成为一张分辨率高的形貌相。

白光形貌方法又可分为透射形貌和反射形貌。图 1 为白光透射形貌方法的示意图。如果把底片放在样品与光源之间，就得到白光反射形貌。

(1) 白光形貌的几何分辨率

由图 2 所示的条件来看白光形貌的几何分辨率。因为光源表面的每一点发出的 X 射线，

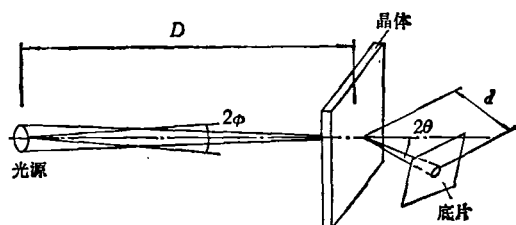


图 2 几何分辨率图解

其发散角都为 2ϕ ，因而和由普通 X 光管发出的 X 射线是不一样的。假设光源的尺寸为 s ，光源和样品之间的距离为 D ，样品和底片之间的距离为 d ，并假设反射光束与底片垂直，则当 $2\phi D > s$ 时，几何分辨率为

$$R = \frac{sd}{D}, \quad (4)$$

这与 Lang 形貌法的情况一样。而当 $2\phi D < s$ 时，几何分辨率则为

$$R = 2\phi d. \quad (5)$$

如果反射光束不与底片垂直，则分辨率就与底片的取向有关了。

(2) 谐波成分对衍射强度的影响

对于一定的点阵平面，利用不同的人射波长，就有不同的反射角度，这就是布喇格公式所表示的。如果以波长 λ 和反射角 θ 为坐标，把布喇格公式画成曲线，再用动力学理论给出曲线的宽度，就得到一种很有用处的 Du Mond 图。图 3(a) 给出了白光形貌的 Du Mond 图。为了便于比较，图 3(b) 给出了特征辐射形貌的 Du Mond 图。图 3(a) 中的几条曲线代表了几个不同级别的反射曲线，可以看出与某一 θ 角

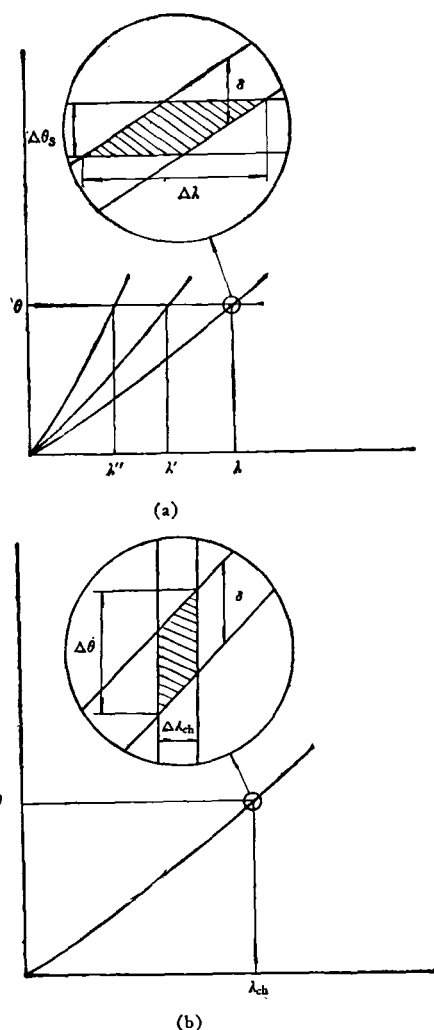


图 3

(a) 白光形貌的 Du Mond 图；(b) 特征辐射形貌的 Du Mond 图

相对应有几个不同的谐波波长。图中大圆是小圆的局部放大。从放大图中可以看到，在白光形貌中，由于波长范围很宽，反射线的波长宽度 $\Delta\lambda$ 是由角宽度 $\Delta\theta$ 决定的。而在图 3(b) 的情况下，反射线的波长宽度 $\Delta\lambda_{ch}$ 是确定的，因而可由 $\Delta\lambda_{ch}$ 来决定 $\Delta\theta$ 的大小。

当同步辐射 X 射线照射到晶体上，晶体上每一点反射的 X 射线的发散角为

$$\Delta\theta_s = \frac{s'}{D}, \quad (6)$$

其中 s' 为在入射面内光源的有效尺寸。

晶体的本征反射角宽度为

$$\delta(\lambda) = \frac{2|C|}{\sin 2\theta} \sqrt{\frac{|\gamma_h|}{\gamma_0}} \cdot F_h \frac{e^2}{mc^2} \lambda^2 \frac{1}{\pi V}, \quad (7)$$

其中 C 为偏振因子, V 为晶胞体积, F_h 为结构因子, $\gamma_0 = \cos \phi_0$, $\gamma_h = \cos \phi_h$, 而 $\phi_0 = \mathbf{n} \cdot \mathbf{s}_0$, $\phi_h = \mathbf{n} \cdot \mathbf{s}_h$, \mathbf{n} 为入射表面法线方向的单位矢量, \mathbf{s}_0 和 \mathbf{s}_h 分别为入射线和反射线方向的单位矢量。

上面的 $\Delta\theta_s$ 和 $\delta(\lambda)$ 都相当于波长的扩展, 对某一谐波的衍射强度就是积分强度。这个积分强度与光源发射能力 $P(\lambda)$ 成正比, 也与图 3 (a) 中打阴影部分的面积成正比, 即与 $\delta\Delta\lambda$ 的乘积成正比,

$$I_h \propto P(\lambda)\delta\Delta\lambda. \quad (8)$$

由布喇格公式的微分形式

$$\Delta\lambda = \lambda \operatorname{ctg} \theta \Delta\theta_s, \quad (9)$$

和 $\Delta\theta_s$ 的表示式 (6) 代入 (8) 可得

$$I_h \propto C \lambda^3 P(\lambda) F_h \frac{1}{\sin^2 \theta} \frac{s'}{D} \sqrt{\frac{|\gamma_h|}{\gamma_0}}. \quad (10)$$

如果考虑吸收, 还要乘上吸收因子 $e^{-\mu(\lambda)t}$, $\mu(\lambda)$ 为吸收系数, t 为通过晶体的厚度。因为一般是用底片来记录强度, 因而还应考虑底片灵敏度随波长的变化。

由强度的表示式可以看到, 由于 λ^3 的影响, 在短波处衍射强度锐减, 因而在总的强度中, 短波谐波对总的衍射强度的贡献不会很大。有人对 Si 单晶白光形貌衍射强度的谐波贡献做了计算, 结果列入表 1 中。可以看出波长为 1.478 Å 的 (333) 反射占了总强度的 62%, 而波长为 0.633 Å 的 (777) 反射只占 0.5%。

表 1 Si 单晶白光形貌的谐波组成

反 射	波 长 Å	贡 献 %
111	4.434	5.3
222	2.217	5.8
333	1.478	62.0
444	1.019	21.9
555	0.887	4.5
666	0.739	0.02
777	0.633	0.5

(3) 白光形貌相中衬度的变化

同步辐射 X 射线的应用, 使得形貌相的衬度与普通形貌相的衬度有区别。

首先由于同步辐射 X 射线是偏振的, 就使得 Pendellösung 条纹可能发生变化。利用非偏振的 X 射线时, 由于 σ 偏振分量和 π 偏振分量非相干迭加, 会导致 Pendellösung 条纹周期性地变淡。在利用偏振的同步辐射光并使偏振方向与入射面垂直或平行时, 就看不到这种周期性变淡现象了。但如果偏振方向既不与人射面垂直也不与人射面平行, 这时又可以观察到 Pendellösung 条纹的变淡现象。但这又要受到谐波分量的影响, 当谐波分量大时, Pendellösung 条纹产生很大畸变, 这是与一般形貌相所不同的地方。

同步辐射 X 射线的使用对位错的衬度也有影响。在通常的 Lang 形貌中, 对于完整晶体满足布喇格条件的入射线, 进入晶体后产生衍射, 但是由于入射线的光束发散度大, 因而大部分入射线并不满足布喇格条件, 它们不经衍射而直接进入晶体。当这部分光线在晶体中遇到位错周围的畸变区时, 又有一部分入射光满足布喇格条件了, 这部分衍射光在晶体中不经受初级消光, 在底片上记录下来的这部分衍射光就形成位错的直接象。由此可见, 位错的象是由于那些入射角与完整晶体的布喇格角有差别但差别不大的人射线所造成的。而对于同步辐射光来说, 光束发散度小, 波长范围很宽, 因而位错周围的畸变区将对那些波长与完整晶体的布喇格波长 (即对完整晶体满足布喇格公式的波长) 有差别但差别不大的人射线进行衍射。在白光形貌和特征辐射形貌中都形成位错的直接象, 但形成机制有所不同。

由于谐波的存在, 位错的衬度就可能受到干扰。根据消光距离的定义:

$$\xi_h = \frac{\pi V \cos \theta}{r_e \lambda |F_h F_{\bar{h}}|^{1/2}}, \quad (11)$$

其中 r_e 为电子的经典半径。

在高阶反射时, 结构因子总的趋势是减少的, 因而 ξ_h 变大。同时如果 \mathbf{h} 为衍射矢量, 位错的宽度可写为

$$d_s = \frac{\xi_h}{2\pi} |\mathbf{h} \cdot \mathbf{b}| \quad (\text{对螺位错}), \quad (12)$$

$$d_e = \frac{0.88\xi_h}{\pi} |h \cdot b| \quad (\text{对刃型位错}). \quad (13)$$

可以看出,由于 ξ_h 的加大,使得位错象的宽度变宽,因而降低了形貌相的分辨率。所以为了提高形貌相的分辨率,要尽可能抑制高阶反射。

(4) 对点阵取向变化的灵敏度

在做白光形貌实验时,还必须考虑它对晶体点阵取向变化的灵敏度。在一般形貌方法中,如果样品两个区域的点阵取向有 ω 角的转动,则只有当入射光束的发散角大于 ω 角时,才能同时拍摄到这两个区域的形貌相,否则只能拍摄到一个区域的形貌相。在Lang形貌中,经过准直的X射线其发散角约为 5×10^{-4} rad,因而只能拍摄到点阵取向相对变化 ± 50 秒的那些区域,变化再大的区域就观察不到了。在白光形貌中就不同了,相对转动了的两部分区域可以选择各自的波长进行反射,结果在一般形貌中,两部分晶体所反射X射线的夹角为 ω ,而在白光形貌中却为 2ω 了。

(5) 白光同步辐射形貌的优点

白光同步辐射形貌,除了因为强度高,可以大大减少曝光时间外,还有以下一些优点:

(a) 样品不用精确定位。对大多数实验条件来说,样品定位只需精确到度就已足够了。而在Lang形貌方法中,则要精确到秒。

(b) 不用扫描机构就可以拍摄到二维的形貌相。而在Lang形貌方法中却要求底片与样品之间具有精确的同步扫描,才能拍摄到二维的形貌相。

(c) 可以同时拍摄几张不同反射的形貌相。这在确定Burgers矢量时尤为重要,在好的情况下,一次拍照就可以把Burgers矢量确定出来。

(d) 如果晶体中含有镶嵌块,白光形貌可以把这些镶嵌块分别拍摄出来。

白光同步辐射形貌也存在一些缺点。例如,谐波参加反射给衬度的解释工作带来困难;因为同时可以记录到许多不同反射的形貌相,就可能发生重迭现象;同步辐射源的建立费用远不能和买一台X光机相比,这也限制了一般

实验室的使用。

2. 单色光形貌^[6]

单色光形貌使用的是单色同步辐射X射线。为了得到单色光,就要有适当的单色器从连续同步辐射光中把单色光分离出来。单色器有固定波长单色器和可调波长单色器两种,不论那种单色器都要求制作单色器的晶体材料尽可能完整,因为单色器晶体中的缺陷直接影响着单色光的质量。而在目前,晶体生长技术只能提供大块而又质量高的Si单晶和Ge单晶。

这里所说的单色光,不仅要求波长单一,而且还要求光束的发散度小。如果单色光的发散度大于晶体的本征反射角宽度,则要用球面波的理论来解释形貌相的衬度;如果单色光的发散度小于晶体的本征反射角宽度,这时用平面波理论来解释形貌相的衬度就可以了。

图4是法国奥尔赛形貌站所用单色器的示意图。晶体1和晶体2处于(+,+)反射位置,由它们可以确定输出波长的大小和输出波长的宽度 $\Delta\lambda$ 。晶体2和晶2'处于平行位置,它们控制着输出光的角发散度。这里用了一个晶体2上的对称反射和一个晶体2'上的非对称反射相配合,高次谐波几乎全部被消除掉。晶体1和晶体2上非对称反射的应用,不但提高了晶体单色器的接受能力,而且使输出光的截面大为增加。整个单色器是在一块Si单晶上挖成,输出波长是固定的,其详细参数列入表2中。

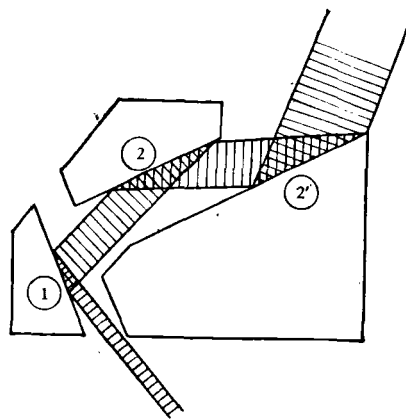


图4 单色器示意图

表2 单色器的输出参数

反射 1	333
反射 2	$\bar{1}31$
反射 2'	$13\bar{1}$
输出波长	1.2378 \AA
光谱宽度	$\Delta\lambda/\lambda \sim 7 \times 10^{-6}$
角度发散	$\Delta\phi \sim 1.4 \times 10^{-6}$
光子数目	$N = 4 \times 10^7 \text{ 光子/s} \cdot \text{cm}^2$
光束尺寸	$15 \times 15 \text{ mm}^2$

经过单色化后的 X 射线发散度很小,可以近似地看作平面波,从而发展了平面波成像技术。这种形貌技术对点阵平面间距和取向的变化非常灵敏,故可用于研究外延膜和基质晶体的应变,研究杂质感生的点阵参数变化等。

四、同步辐射 X 射线形貌的应用

1. 再结晶过程的研究

人们曾利用电子显微镜来观察再结晶过程,发现在结晶开始阶段,成核很小,电子显微镜的视场还盛得下,在晶核长大以后就不行了。而 X 射线形貌方法却是一种研究再结晶过程的理想观察方法,但由于曝光时间太长以及实验装置的限制,一直没有取得满意的结果。有人曾用高强度的转靶 X 光机来做实验,但仍要 30 分钟的曝光时间,这与结晶速度 1 mm/min 相比,显得还是太长了,因而无法拍摄到清楚的图象。只是在用了同步辐射 X 射线以后,才把再结晶过程即时地记录下来。

Gastaldi 等人^[7]用应力退火的办法,在 300°C 进行了铝的再结晶实验, X 射线的波长范围为 $0.4\text{--}4 \text{ \AA}$,强度的极大值在 $\lambda_{\text{max}} = 1.6 \text{ \AA}$ 处,光束截面为 $15 \times 10 \text{ mm}^2$,底片离样品距离为 40 mm ,曝光时间为 10 秒钟,每 3 分钟拍摄一张照片,成功地得到了铝再结晶过程的一系列形貌相。通过这些形貌相的对比,发现位错线在结晶界面推移时,与结晶界面基本保持垂直。这说明晶体生长时位错线与界面垂直的规律,在

物理

固态再结晶过程中仍适用。此外,又发现螺位错线形成后,在降温过程中会吸收空穴而攀移成蜷线位错,而蜷线位错的直径扩大到晶体表面时会被截断,然后形成单个的刃型位错。同时他们还发现再结晶过程中界面的移动会遇到一些障碍,这些障碍或是减低界面的移动速度,或是使界面停止移动。在后一种情况下,原来前进着的界面中间被钉住,而其他部分仍在前进,直到这个缺陷被包入晶体中。后来,他们的实验^[8]又表明,生长过程中移动快的界面会改变,而移动慢的界面与 $\{111\}$ 面平行,缺陷的存在加快了这些面的运动速度。

2. 磁性材料中畴运动的观察

在磁性材料的研究中,人们总是希望观察在外界条件的影响下畴的构形、运动情况,以及畴与缺陷的相互作用现象。

Safa 等人^[9]对磁性材料 KNiF_3 进行了同步辐射形貌观察。沿 $[001]$ 方向施加磁场,在 4.2 K 下观察畴随外加磁场的变化。曝光时间为 20 秒。随着外加磁场的变化,他们拍摄了一系列形貌相。发现在开始时,磁场较小,有四种畴同时存在。随着磁场加大,有一些畴逐渐缩小,另一些则逐渐增大,直到一种畴占据了整个面积。这正是根据能量最小原理,畴所存在的方式。

Stephenson 等人^[10]对 Fe-3wt\%Si 进行的研究表明,外加磁场和外加应力变化时,都可观察到畴的变化。当沿 $[010]$ 方向即易磁化轴方向施加压应力时,产生的条状畴与 $[010]$ 轴平行;而在此方向施加拉应力时,条状畴与 $[010]$ 轴垂直。

3. 可选波长形貌

可选波长这里有两种情况:一是人们可以按某一特定需要而选取某一波长;二是晶体中点阵有差别的各部分可以选择各自满足布喇格公式的波长进行反射。对于普通 X 光机来说,因为只有几个特征辐射波长可以利用,因而无法随意选取波长。

对于第一种情况, Petroff 等做了实验^[11]。实验样品为 GaAs 晶体上外延的四元薄膜 (Ga ,

Al)(As, P). Ga 的K吸收边为 1.1902 \AA , As 的吸收边为 1.0426 \AA . 转动晶体, 选择合适的布喇格角, 使晶体反射的波长为 1.2 \AA , 这个波长刚好高于 Ga 的吸收边, 离 As 的吸收边也不远. 这时的吸收系数和在 AgK α 特征辐射 (0.559 \AA) 处的吸收系数差不多. 因而所用的波长增加了, 却没有引起吸收系数的增加. 由 (12), (13) 和 (11) 式可看出, 波长的增加, 位错象的宽度变窄了, 因而提高了形貌相的分辨率. 此外因波长的增加也使晶体的反射能力大为提高.

对于第二种情况, Petroff 等人也做了实验^[11]. 当在 GaAs 晶体上外延生长 $\text{Ga}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{As}_{(1-y)}\text{P}_y$ 四元薄膜时, 在理想情况下, 850°C 时有失配应力, 但温度降到室温后失配应力就消失了, 因而外延膜和基底都是平的. 这是因为在高温、低温两种条件下温度膨胀系数不同而引起的. 但在实际过程中, 温度降到室温后, 样品仍有轻微的弯曲. 在这种情况下, 利用一般的形貌方法, 只能得到局部的形貌相, 因为样品各部分不能同时满足布喇格条件. 但用白光形貌拍摄就不同了, 由于波长是连续的, 晶体的各部分可以选择各自的波长进行反射, 这样就得到整个晶体的形貌相. 他们在实验中发现, 因为晶体弯曲而导致衍射线方向的变化, 使原来直的位错线变弯了. 但在这种情况下立刻加热到 400°C , 发现位错线又变直了. 这种现象出现的原因, 是由于在高温下, 外延膜与基质晶体的失配消失了, 样品又变平, 位错又恢复成原来的直线了.

4. 外延膜和基质晶体分别成像

如果入射 X 射线的发散角明显地小于晶体反射线的角宽度, 就可以分别拍摄到外延膜和晶体基质的形貌相. 经过单色化的同步辐射 X 射线, 其发散角很小, 利用这样的 X 射线, 就可以把外延膜的反射峰和晶体基质的反射峰区分开来. 在两个反射峰处分别拍摄形貌相, 就可以对外延膜和基质晶体进行研究.

Parrish 等人^[12]用 GGG 晶体及其外延膜做实验. 先用 Si 单晶做单色器对入射光进行单色

化, 然后用 GGG 晶体进行 (444) 反射, 波长为 2.25 \AA . 从拍摄到的形貌相上可以看到, 基质晶体存在着明显的生长条纹, 而外延膜上却是无缺陷的.

Petroff 等人^[13]对四元外延膜做了单色光形貌检查, 他们所用的单色器如前所述. 出射光的发散角为 $0.3''$, 这种单色光可以看作平面波.

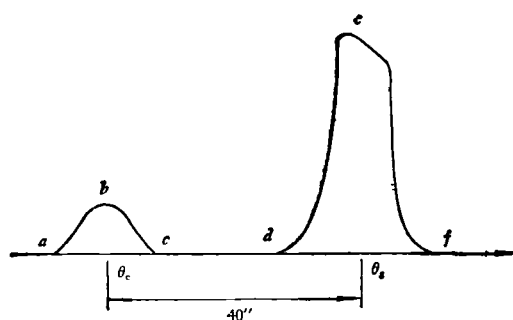


图5 GaAs 及四元外延膜的反射曲线

图5为 $(\text{Ga, Al})(\text{As, P})/\text{GaAs}$ 外延膜和基质的反射曲线, 两峰相距 $40''$, 远远大于光束的发散度 $0.3''$. 图中 a, b, c 为外延膜的反射峰, d, e, f 为基质的反射峰. 他们在反射峰的一系列位置上 (即 a 点到 f 点) 拍摄了形貌相, 尽管在具体工作中由于晶体弯曲而给拍摄工作带来困难, 但实验方法是可靠的.

5. 周期性变化的频闪观察

同步辐射强度高, 曝光时间短, 因而可以拍摄动态过程的形貌相. 但是如果变化时间太快, 例如在交变磁场作用下来观察晶体缺陷、淀积物与畴的作用, 几秒钟的曝光时间仍不能拍摄到清晰的形貌相. Miltat 等人^[14]为此而设计了一种频闪观察装置. 他们使交变磁场与一个机械斩波器同步 (锁相), 此斩波器放在 X 射线的通路中, 使得只有在一个选定的相位时, 反射光才能到达底片, 其他时间的光都被挡住了. 在他们的实验中只有 $1/70$ 的光到达底片, 在这种情况下利用普通 X 光机发出的 X 射线是难以实现的.

在实验中, 他们用 (220) 反射的 Ge 晶体做单色器, 样品 Fe-3.5%Si 处于 (110) 反射, 曝

光时间 15 分钟, 在交变磁场一个周波的不同相位拍摄一系列形貌相。由形貌相上可看出在不同相位时畴的情况, 同时还发现, 由于畴与淀积物、位错的作用, 而使畴壁加宽了。应该说这是一个真正的动力学实验。这种方法也可以用在其他周期性变化情况, 如果使用晶体斩波器的话, 还可把这种实验方法扩展到高频场的情况。

6. 点阵参数和取向微小变化的测量

双晶衍射形貌由于受参考晶体和 X 光强度的限制而不能广泛应用。单色同步辐射 X 射线的获得, 使得点阵参数和点阵取向微小变化的测量变得简单了。

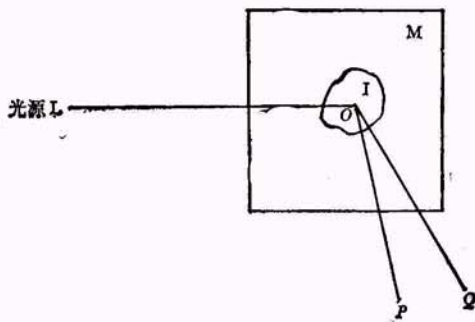


图 6 点阵参数及取向微小变化测量原理

设 M 为晶体 (见图 6), I 为与晶体 M 有相对形变的区域 (包括点阵参数和点阵取向的变化), OP 为晶体 M 中点阵平面的法线, OQ 为区域 I 中点阵平面的法线, 入射光束与 OP 垂直。假设此时测角仪的读数为 N, 转动晶体到测角仪读数为 R_M^0 时, 晶体 M 给出反射峰, 此时

$$R_M^0 - N = \theta_M, \quad (14)$$

其中 θ_M 为晶体 M 的布喇格角。继续转动晶体至测角仪读数为 R_I^0 时, 区域 I 又给出反射峰, 此时

$$R_I^0 - N = \theta_I + \Delta\alpha_{MI}, \quad (15)$$

式中 θ_I 为区域 I 的布喇格角, $\Delta\alpha_{MI}$ 为区域 I 的点阵相对晶体 M 点阵的转动角。(15) 式与 (14) 式相减得

$$R_I^0 - R_M^0 = \theta_I - \theta_M + \Delta\alpha_{MI}. \quad (16)$$

如果令 $\Delta R_{MI}^0 = R_I^0 - R_M^0$ 表示两个区域出现反射峰时测角仪读数之差, 令 $\Delta\theta_{MI} = \theta_I - \theta_M$ 表示两个区域布喇格角的差别, 则 (16) 式可写成

物理

$$\Delta R_{MI}^0 = \Delta\theta_{MI} + \Delta\alpha_{MI}. \quad (17)$$

如果把晶体绕 OP 转动 180° , 同样得到

$$\Delta R_{MI}^{180} = \Delta\theta_{MI} - \Delta\alpha_{MI}. \quad (18)$$

由 (17) 式和 (18) 式相减得到

$$\Delta\alpha_{MI} = \frac{1}{2} (\Delta R_{MI}^0 - \Delta R_{MI}^{180}). \quad (19)$$

因而通过测量两个区域出现反射峰的角位置, 就可求得两个区域点阵的转动角。

把 (17) 式和 (18) 式相加, 并用布喇格公式的微分形式取代 $\Delta\theta_{MI}$, 可得到

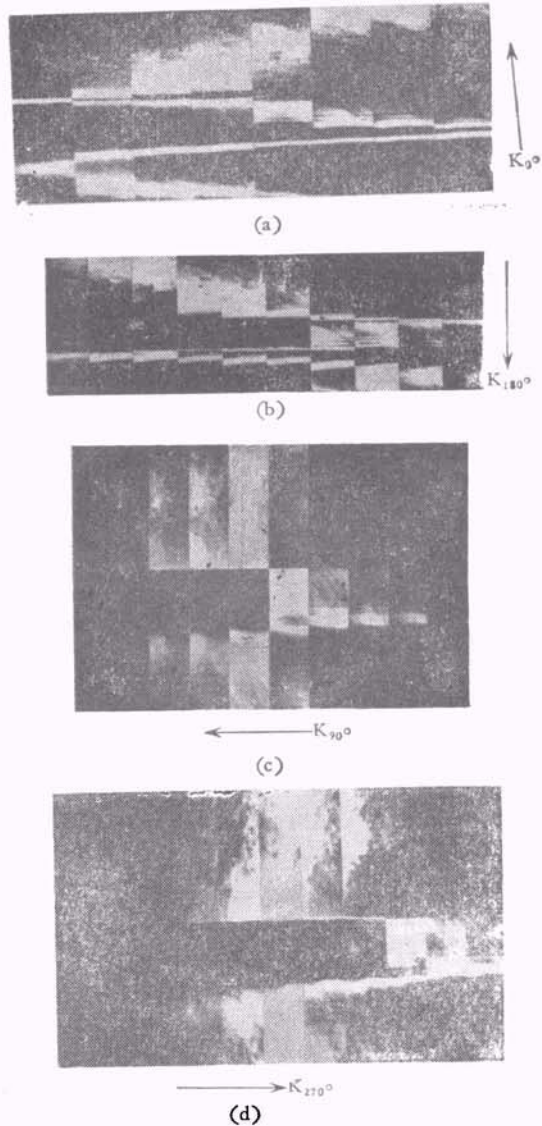


图 7 人工水晶单色光反射形貌图

(a) 为 0° 取向 (\leq 形状); (b) 为 180° 取向 (\geq 形状); (c) 为 90° 取向 ($>$ 形状); (d) 为 270° 取向 ($>$ 形状)

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{MI} = -\frac{1}{2} \operatorname{ctg}\theta(\Delta R_{MI}^0 + \Delta R_{MI}^{180}), \quad (20)$$

它给出了区域 I 相对于晶体 M 点阵参数的变化。如果把晶体按 90° 和 270° 的方位安排, 则可以得到另一组数据。由这两组数据计算的 $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{MI}$ 相同, 但计算的点阵转角是沿两个互相垂直的方向。

作者和 Zarka^[15] 对人工合成水晶的各生长扇形区进行了测量, 点阵常数的测量误差为 0.5×10^{-6} , 点阵转角的测量误差为 $0.5''$ 。测量结果表明, 人工合成水晶的 S 生长区的点阵参数最大。

图 7 是人工合成水晶 Z 切片的反射形貌相。这四张形貌相中, 每一张都是从按入射角的大小顺序拍摄的许多形貌相中, 取同一晶体部位剪下来拼合而成的, 以便对这一局部区域进行比较。由图 7(a) 和 (b) 可以看出, 形貌相的衬度呈现 \leq 和 \geq 形状, 说明这主要是由点阵取向的变化引起的, 图 7(c) 和 (d) 呈现 $>$ 和 $<$ 形状, 随入射角的变化, 衬度的变化趋势相同, 说明衬度主要是由于点阵参数的变化而引起的。

五、结 束 语

同步辐射 X 射线形貌是一门新兴的学科, 它正在不断的发展之中。它不但使拍摄形貌相的曝光时间大为减少, 而且正是由于这样短的曝光时间以及底片可以离样品较远而保持足够的分辨率, 从而可以拍摄某些动态过程的形貌相。频闪形貌观察方法的使用, 使一些周期性变化过程的研究成为可能。同步辐射偏振特性使人们可以研究晶体对 X 射线的各向异性,

从而为 X 射线形貌学开辟了一个新的研究领域。尽管同步辐射形貌有许多优点, 但由于设备的庞大, 投资昂贵, 在具体实验时还要根据需要, 考虑是选用同步辐射形貌还是选用一般形貌方法。此外, 同步辐射的辐照损伤对某些晶体可能会是严重的, 实验中也必须注意。

我国合肥同步辐射源已开始建设, 它为我国利用同步辐射的研究工作展现了广阔的前景, 同步辐射 X 射线形貌的研究工作在我国开展已经为期不远了。

殷俐同志负责本文的制图工作, 作者表示衷心的感谢。

参 考 文 献

- [1] 许顺生, 物理, 8 (1979), 306.
- [2] B. K. Tanner, X-Ray Diffraction Topography, Pergamon Press, Oxford, (1976).
- [3] 顾本源、范海福, 物理, 8(1979), 424.
- [4] J. Miltat, NATO Adv. Study Inst. Ser. Ser. B. 63(1980), 401—420.
- [5] B. K. Tanner, *Progress in Crystal Growth and Characterization*, 1(1977), 23—55.
- [6] M. Sauvoge, NATO Adv. Study Inst. Ser. Ser. B. 63(1980), 433—455.
- [7] J. Gastaldi, C. Jourdan, *Phys. Stat. Solidi (a)*, 49(1978), 529.
- [8] J. Gastaldi, C. Jourdan, *J. Cryst. Growth*, 52 (1981), 946.
- [9] M. Safa, B. K. Tanner, *Phil. Mag. B*, 37(1978), 739.
- [10] J. D. Stephenson et al., Eleventh International Congress of Crystallography, Abstracts, S330, Warsaw (August 1978).
- [11] J. F. Petroff, M. Sauvage, *J. Cryst. Growth*, 43 (1978), 628.
- [12] W. Parrish, C. G. Erickson, *Acta Cryst. A*, 34(1978), 331.
- [13] J. F. Petroff et al., *Phil. Mag. A.*, 42(1980), 319.
- [14] J. Miltat, M. Klemen, *J. Appl. Phys.*, 50(1979), 7695.
- [15] Liu Lin (刘琳), A. Zarka, *J. Cryst. Growth*, (待发表).