

# X 射线形貌样品厚度的无损测量方法

黄 依 森 赵 庆 兰

(中国科学院福建物质结构研究所)

本文介绍了几种 X 射线形貌样品厚度的无损测量方法的原理、技术和应用,可供 X 射线衍射形貌工作者根据样品的特殊情况选择使用,或进行多途径的综合测量和核对。

众所周知, X 射线形貌术特别是 Lang<sup>[1,2]</sup>提出的扫描透射投影技术已经广泛用于非破坏性观测各类单晶内部的总体不完整性。在深入测定点、线和面缺陷的位置,取向和性质等过程中,都涉及到样品厚度的精确测量问题。就 X 射线形貌样品而言,即使是全面收集了形貌资料,仍可能在该样品上重新进行其他或同类实验,因而不推荐那些对样品表面产生损伤的任何机械方法,如测微螺旋计方法。本文介绍的不触及样品表面的五种无损测量技术中有四种是由 X 射线形貌技术本身提供的。

## 一、原理和方法

一块经过精心制备而无任何表面机械损伤的样品,其厚度测量应在形貌实验阶段之后,以防止不必要的碰触。按方法分类有直接法(普通光学技术和螺旋测微计测量)和间接法(X 射线形貌术),现分述如下。

### 1. 光学技术

它是最常用的一门技术,但只适用于对可见光是透明的晶体材料。只要有一台备有记录载物台或物镜竖向移动位置的螺旋测微刻度或经过标准厚度校正了的普通刻度的透射显微镜,就能实现这种测量。将样品晶片无接触地平放在载物台上,测出晶片的上下表面之间的厚度  $t$ , 而真实厚度  $t_0 = t \cdot n$ , 其中  $n$  为各向同性介质或各向异性介质沿光束方向的折射率。如果样品密度  $\rho$  为已知,而  $n$  未知,就可以从  $(n - 1)/(n_r - 1) = \rho/\rho_r$  式子中推算出  $n$

来,其中  $n_r$  和  $\rho_r$  分别为同类衍生物的折射率和密度。显然,物镜的数值孔径越大(或焦距越短),焦点的深度就越小,可获得较准确的晶片的上下表面之间的厚度值。同样,样品的折射率越高,由晶片上下表面之间的厚度测量所带来的真实厚度的测量误差就越大。它能测量任意区域的实际厚度。

### 2. X 射线形貌技术

本技术分为截面形貌术、立体对形貌术、Pendellösung 条纹级数技术和面缺陷截痕技术。

#### (1) 截面形貌术

图 1 示出本技术的原理图,入射光束  $I_0$  以  $\theta_B$  角度入射在  $(hkl)$  晶面上并反射到  $I_R$  方向上。如果忽略了入射束的几何宽度(一般是  $7 \sim 10 \mu\text{m}$ ), 则

$$t_0 = W / \sec(\theta_B - \alpha) \cdot \sin 2\theta_B,$$

其中  $t_0$  为晶片厚度,  $W$  为截面象的水平宽度,  $\theta_B$  为 Bragg 角度,  $\alpha$  为衍射平面和晶片表面法线方向间的夹角。当  $\alpha = 0$  时,该反射属于对称反射。如果不能忽略入射束的宽度  $W_0$ , 则校正后的晶片厚度

$$t_0 = (W - W_0) / \sec(\theta_B - \alpha) \cdot \sin 2\theta_B.$$

可见,反射级数越高,截面形貌象宽度越大,测量的误差就越小。

#### (2) 立体对形貌术<sup>[4]</sup>

它又分成普通立体对  $[(hkl)$  和  $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})]$  和 Haruta<sup>[5]</sup> 技术。

图 2 为  $(hkl)$  和  $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$  晶面反射所组成的立体对的原理图,其中  $D$  是空间任意取向的

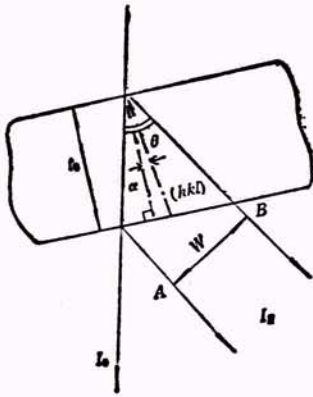


图1 截面形貌术的几何原理示意图

位错线在水平面上的投影长度，它必须分别在入射面和出射面的O和Q两点露头， $\theta_B$ 为Bragg角度， $I_0$ 为人射束方向， $R_L$ 和 $R_R$ 分别为 $(hkl)$ 晶面的左和右侧点阵平面 $[(hkl)$ 和 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ ]的衍射光束方向， $\alpha$ 为 $(hkl)$ 晶面和晶片表面法线间夹角， $\delta$ 为位错线的投影线段和 $(hkl)$ 晶面间的夹角， $t_0$ 为晶片厚度。两个最重要的待测参数 $L_L$ 和 $L_R$ 无疑是位错线长度分别在 $(hkl)$ 和 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 形貌图上的水平分量。根据上述立体对的衍射几何，

$$\delta = \arctg \left( \frac{L_L + L_R}{L_L - L_R} \cdot \tg \theta_B \right)$$

和

$$t_0 = \frac{1}{\sin 2\theta_B} [L_L \cos(\alpha + \theta_B) - L_R \cos(\alpha - \theta_B)].$$

显然，利用较长波长的X射线对那些长的位错线所拍摄的立体对形貌图，将提供更精确的 $t_0$ 值。本立体对技术只适用于透射形貌术。

Haruta 立体对是沿衍射晶面的法线(即 $g$ 矢量)转动 $\pm\omega$ 角度进行拍摄的，习惯上认定观察者面对 $g$ 矢量进行顺时针转动时 $\omega$ 为正，逆时针转动时 $\omega$ 为负。拍摄这类立体对时，主要是转动角度 $\omega$ 的选择问题，它取决于晶片的厚度和该晶面的 $\theta_B$ 。 $\omega$ 为正和负时两个物体构成理想立体图象，观察到物体所形成的张角的一半称为会聚角度 $\gamma$ ，它可利用个别缺陷象在不同形貌图上所产生的位移进行估计，大约等

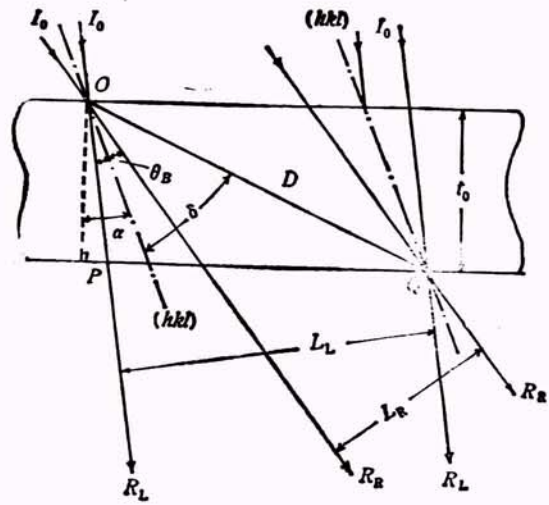


图2 立体对形貌术的几何原理示意图

于位移除以晶片厚度。当 $\theta_B$ 较大时， $\omega = \gamma / \cos \theta_B$ 。如果晶片太大，转动角 $\omega$ 将受到限制。

立体对形貌术不仅适用于测量样品的厚度，还可以直接用于观测各种缺陷的空间取向和位置。众所周知， $(hkl)$ 和 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 立体对只提供缺陷在投影面(形貌图)的水平方向的图象位移资料，而Haruta技术也仅仅是提供缺陷象在竖直方向上的位移信息，两者方法的结合应当更直观地显示它们的空间分布。图3—6示出KAP单晶 $\{0k0\}$ 型衍射晶面，利用 $CuK\alpha_1$ 辐射和在 $\omega = \pm 10^\circ$ 时所拍摄的综合立体对。显然， $C_{(020)}^{-10}$ 和 $C_{(020)}^{+10}$ 以及 $C_{(030)}^{-10}$ 和 $C_{(030)}^{+10}$ 组成



图3 KAP单晶， $C_{(020)}^{-10}$ ，(8X)





图4 KAP 单晶,  $C_{0020}^{+10}$ , (SX)



图5 KAP 单晶,  $C_{0020}^{+10}$ , (SX)



图6 KAP 单晶,  $C_{0020}^{+10}$ , (SX)

两对普通立体对, 而  $C_{(020)}^{+10}$  和  $C_{(020)}^{+10}$  以及  $C_{(020)}^{+10}$  和  $C_{(020)}^{+10}$  为两对 Haruta 立体对。它们直观地反映一部分位错线严格地垂直于图平面 [即 KAP 单晶的 (100) 晶面], 另一部分地躺在垂直于图平面的水平平面上 [即 (001) 晶面], 这个水平面也是 (001) 滑移面或位错环的环平面。

### (3) Pendellösung 条纹技术<sup>[2]</sup>

类似于楔状晶体电子显微图上的“等厚条纹”, 经过化学抛光处理的许多样品晶片, 常在样品的周围边缘出现楔状形态, 在 X 射线投影形貌图的四周产生这类干涉条纹。考虑局部点阵畸变 (如位错的长程应力场) 和某些类型的宏观应变场都非常灵敏地反映在条纹弯曲和条纹级数变化方面, 所以 Pendellösung 条纹并不是只能用于统计量度整个晶体的完整性程度, 同时还能方便地用于测量样品的厚度。表 1 为各级数条纹最大值和最小值所对应的  $t_0 D$  值, 其中色散面的直径

$$D = \frac{e^2}{mc^2} \cdot \frac{F \cdot \lambda \cdot C}{\pi V \cos \theta_B}$$

式中  $e^2/mc^2$  为电子的经典半径,  $F$  为结构因子,  $\lambda$  为 X 射线波长,  $C$  为偏振因子,  $V$  为单胞体积,  $\theta_B$  为 Bragg 角。就已知波长和特定点阵平面所拍摄的形貌图而言,  $D$  值是已知的, 所以该条纹级数对应的晶片厚度  $t_0$  就可求得。例如, 图 3—6 出现了两条这类条纹, 在条纹第二

表 1 无吸收晶体对称 Laue 投影形貌图中 Pendellösung 条纹级数和样品厚度  $t_0$  之间的关系

条 纹 级 数		$t_0 D$ 值
第一级	极大值	0.382
	极小值	0.878
第二级	极大值	1.377
	极小值	1.876
第三级	极大值	2.376
	极小值	2.876
第四级	极大值	3.376
	极小值	3.876
第五级	极大值	4.376
	极小值	4.876

级极大值的中心位置,  $t_0 = \frac{1.377}{0.00670} = 206 \mu\text{m}$ .

显然, 晶体应变区中的那些条纹不宜使用. 值得指出的是, 在一般情况下, Pendellösung 条纹是应用近完整晶体截面形貌技术测定样品厚度和结构因子.

#### (4) 面缺陷截痕技术

在晶片的  $(h_1k_1l_1)$  投影形貌图上, 任何一个滑移面或缺陷面  $(hkl)$  于入射面和出射面上留下的痕迹, 都可以用于测量样品的厚度. 它的几何原理如图 7 所示. 图 7(a) 为样品表面的正视图, 其中水平轴为  $k_x$  的投影和入射平面的截痕, 竖直轴为形貌相机测角仪的转动轴  $V_e$  (即拍摄形貌图的带轴),  $\rho$  为  $(hkl)$  面缺陷截痕和样品表面沿竖直轴方向间的夹角. 图 7(b) 是沿衍射线方向  $k_x$  的投影图. 图 7(a) 和图 7(b) 中的水平轴为入射平面 (即入射线, 衍射线和衍射平面的法线所组成的平面) 的截痕  $(i \cdot t)$ ,  $S_1S_2$  和  $S_3S_4$  分别为缺陷面在出射面和入射面上的截痕, 且  $k_x$  方向朝着观察者. 图 7(c) 为样品厚度沿  $k_x$  方向投影的侧视图, 其中  $V_e$  为出射面的法线方向,  $\delta = \alpha \pm \theta_B$ ,  $\alpha$  为  $(h_1k_1l_1)$  衍射平面与晶片表面法线的夹角,  $\theta_B$  为 Bragg 角,  $i$  和  $e$  分别表示入射和出射面. 图 7(d) 是图 7(a) 中  $AB$  沿  $k_x$  方向的投影图.

从图 7(a) 可以看出,

$$\text{tg } \rho = AB/AO. \quad (1)$$

从图 7(b) 可以看出, 如果平行于  $k_x$  (即垂直于形貌图象) 方向观测,  $(hkl)$  滑移面则以  $S_1S_2S_3S_4$  带出现, 并与竖直轴成  $\rho'$  角度. 这时有

$$\text{tg } \rho' = AB'/AO. \quad (2)$$

$\delta = \alpha \pm \theta_B$  是  $k_x$  与样品表面法线间的夹角, 样品厚度  $t_0 = OT$ , 其中  $OT_1$  为  $OT$  沿  $k_x$  的投影 [图 7(c) 和图 7(d)], 并且有

$$OT_1 = t_0 \cdot \sin \delta. \quad (3)$$

所以,  $t_0$  的测量可以通过量度形貌图上  $OT_1$  [图 7(b)] 来实现. 另一更为方便的方法是量度  $S_1S_2$  和  $S_3S_4$  之间的投影宽度  $T_1T_2$ , 显然

$$T_1T_2 = OT_1 \cdot \cos \rho'. \quad (4)$$

实际上

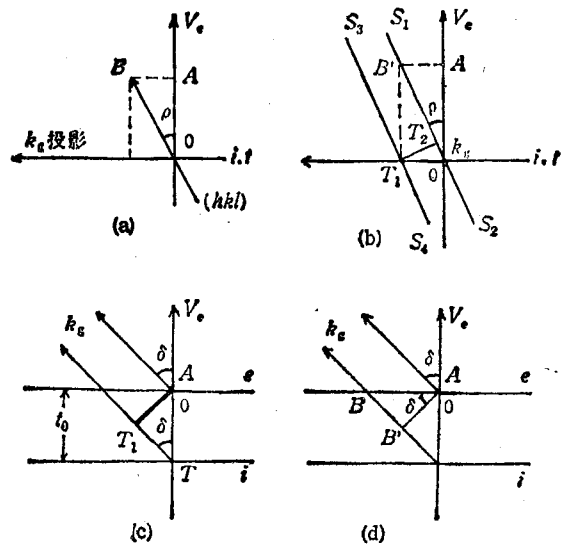


图 7 面缺陷截痕技术的几何原理示意图

$$AB' = AB \cdot \cos \delta. \quad (5)$$

从(1), (2)和(5)式得到

$$\text{tg } \rho' = \text{tg } \rho \cos \delta. \quad (6)$$

又根据(3)和(4)式可得

$$t_0 = T_1T_2 \sec \rho' \cos \sec \delta \quad (7)$$

或

$$t_0 = \frac{T_1T_2}{\sin \delta} (1 + \text{tg}^2 \rho \cos^2 \delta). \quad (8)$$

对于已知  $(hkl)$  和  $(h_1k_1l_1)$  点阵平面,  $\rho$  和  $\delta$  值是确定的, 只要知道  $T_1T_2$ , 就能求得  $t_0$  值.  $t_0$  的测量精度取决于  $T_1T_2$  和单胞参数,  $t_0$  应尽可能利用长波 X 射线形貌图进行测量.

综上所述, 上面介绍的几种样品厚度的无损测量方法各有利弊, 方法选择取决于样品的特殊性, 然而尽可能利用多途径进行综合测量和核对以便获得更可靠的数据.

[1] A. R. Lang, Charactn. of Cryst. Grow. Defects by X-ray Methods, Eds. B. K. Tanner and D. K. Bowen, Plenum Press, New York, (1980), 161.

[2] A. R. Lang, Diffr. and Imag. Tech. in Material Science, Eds. S. Amelinckx, R. Gevers and J. Van Landuyt, North-Holland Publishing Company, (1978), 623.

[3] K. Haruta, J. Appl. Phys., 36 (1965), 1789.