

Физика

УДК 548.732

С. А. АДАМЯН

РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКОЕ ВЫЯВЛЕНИЕ НЕСОВЕРШЕНСТВА ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Экспериментальные исследования показали, что чувствительность рентгенотопографических методов исследования совершенства монокристалла кварца можно увеличить наложением на исследуемый образец при рентгенографировании электростатического поля. Под влиянием этого поля в кристалле возникает неоднородная пьезодеформация, которая приводит к изменению видимости дефектов и усиливает поле деформации ранее невидимых дефектов и двойников. Показано, что контраст изображения дефектов становится более наглядным, когда кристалл предварительно облучают рентгеновским ионизирующим излучением при наличии электростатического поля.

Для исследования структуры кристаллов и деформированных металлов разработаны многие рентгеновские методы [1—5]. Некоторые из них могут быть использованы и для получения представления о дислокационной структуре в достаточно совершенных кристаллах (напр. метод Берга-Баррета). Для исследования дислокационной структуры почти совершенных кристаллов разработаны рентгенотопографические методы картографирования дислокации—методы Ланга [6] и Бормана [7]. В случаях, когда плотность дислокаций не превышает 10^6 см^{-2} —методом Ланга, а когда не превышает 10^4 см^{-2} —методом Бормана можно разрешить и картографировать отдельные дислокации. Однако, несмотря на то, что разрешающая способность этих методов большая и отдельные дислокации разрешаются, их чувствительность оказывается недостаточной для получения рентгенографического изображения дефектов, имеющих слабые поля напряжений. Наши исследования убедительно показали, что для пьезокристаллов кварца чувствительность этих методов можно резко увеличить с применением электростатического поля при рентгенографировании образцов.

Нами были получены рентгенотопографические снимки кристаллов кварца. Эти снимки показывают, что изображения некоторых дефектов на рентгенотопографических картинах получаются только в том случае, когда при рентгенографировании на исследуемый кварцевый образец накладывается электростатическое поле. Действительно, без электростатического поля и с наложением его порядка 6 кВ/см были получены рентгенографические снимки (рис. 1а, б) от кварцевого образца среза АТ. Как видим, при наложении электростатического поля на снимке рис. 1б появились рентгенографические изображения дефектов, которые отсутствуют на снимке рис. 1а. Они образуются при росте кристалла и являются скрытыми дефектными областями, т. е. дефект-

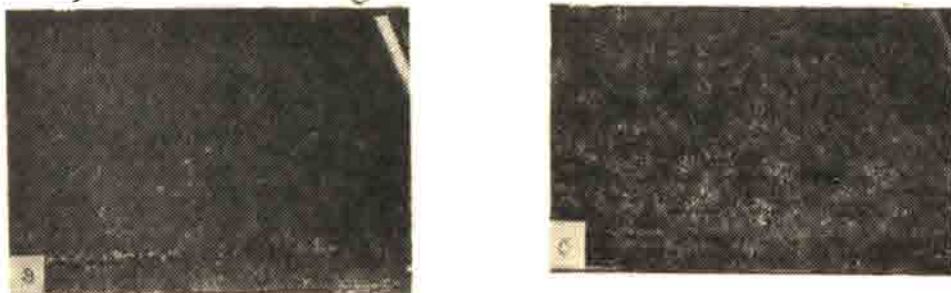


Рис. 1. а—топограмма от пластинки пьезокварца среза АТ до воздействия электростатического поля. Рефлекс $(10\bar{1}1)$, излучение $M\alpha K_{\alpha}$, $\times 5$; б—топограмма от пластинки того же пьезокварца с наличием поля напряженностью 6 кВ/см $\times 5$.

ными ситуациями. При наложении электростатического поля на образец поля упругих напряжений этих дефектов увеличиваются—они становятся видимыми. После снятия внешнего воздействия контраст нововывявленных дефектов исчезает в течение нескольких часов. Для стирания его на образец накладывают поле обратной полярности. При напряжении 1 кВ/см видимость исчезает, но при дальнейшем увеличении его выявляются дефекты параллельно плоскостям малого ромбоэдра г. Далее, наши теоретические оценки и экспериментальные исследования показали, что:

1. Налагаемое электростатическое поле не создает новых дефектов, а лишь усиливает поля напряжений, в силу чего ранее невидимые изображения становятся видимыми: для создания дефектов напряженность налагаемого поля должна достигать величины 10^7 В/см , однако напряженность поля, наложенного нами, является порядка 10^4 В/см .

2. Поле напряжений дефектов под влиянием электростатического поля усиливается только в том случае, если последнее поле в кристалле создает неоднородную пьезодеформацию. С другой стороны, известно, что накладываемое электростатическое поле в кристалле кварца создает неоднородную пьезодеформацию только в образцах, имеющих косые срезы. Следовательно, для увеличения контраста рентгенографических изображений дефектов дислокации кварцевых кристаллов с помощью электростатического поля для увеличения чувствительности метода необходимо пользоваться косыми срезами: необходимо при съемке в образце создать неоднородную пьезодеформацию.

§ 1. Влияние ионизирующего облучения на контраст изображения дефектов в монокристаллическом кварце

Как известно, при облучении кристаллических веществ различными излучениями существенно изменяются их физико-химические свойства. Так, под действием ионизирующих излучений инициируются химические реакции, ускоряются процессы диффузии, изменяются различные физические свойства материалов.

Эффективность воздействия излучений на различные материалы существенно зависит от вида частиц [8].

Для рентгеновского излучения наиболее важным эффектом является ионизация структурных и примесных атомов данного тела. Энер-

гия, передаваемая атому решетки рентгеновского излучения, мала и недостаточна для смещения атома из узла кристаллической решетки при упругом взаимодействии. Основными процессами взаимодействия рентгеновских квантов с веществом являются фото-, комптон-эффекты и образование электронно-позитронных пар [9].

Влияние ионизирующего облучения на интенсивность рассеянных рентгеновских лучей становится наглядным, когда предварительное облучение образца происходит при наличии электростатического поля. Образовавшиеся свободные носители заряда под внешним воздействием вблизи поверхности образца образуют заряженные слои, вследствие чего на поверхности происходит искажение решетки, что и приводит к сильному увеличению интенсивности дифрагированных рентгеновских волн.

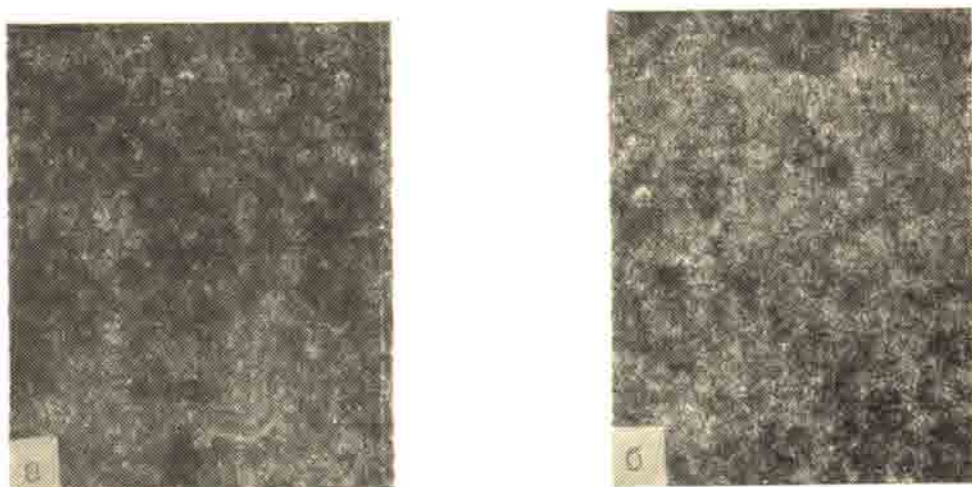


Рис. 2. а—топограмма от пластинки пьезокварца косога среза; б—топограмма от того же кристалла, предварительно облученного через п-образную маску при наличии постоянного электрического поля напряженностью 10 кВ/см, х5.

Суть работы следующая: когда кристалл кварца облучают рентгеновским излучением под постоянным электрическим полем, а потом этот кристалл рентгенографируют, то обнаруживается, что интенсивность рентгеновских рефлексов в несколько раз увеличивается. При исследовании нами обнаружено, что в реальных кристаллах интенсивность изображения дефектов увеличивается намного больше, чем общий фон рефлекса, т. е. увеличивается контраст изображения дефектов. На рис. 2а показана топограмма, снятая от кристалла кварца без предварительного облучения под постоянным электрическим полем; на рис. 2б—топограмма, снятая от кристалла, который облучается через маску.

Как облучение, так и рентгенографирование произведены под постоянным электрическим полем. Как видно из этих рисунков, рост интенсивности волн, дифрагированных от кристаллов кварца, получается гораздо больше от тех частей кристаллов, которые предварительно облучены рентгеновским ионизирующим излучением под постоянным электрическим полем. Далее, интенсивность изображения совершенных частей кристалла растет слабее, чем интенсивность изображения дефектов—растет контраст изображения дефектов, что дает возможность более детально исследовать совершенство кварцевых кристаллов.

Как показали наши экспериментальные исследования, предварительное облучение в отсутствие постоянного электрического поля не только не увеличивает интенсивность рентгенограмм, но даже несколько ухудшает. Более того, стирание изображения контраста дефектов можно производить путем облучения всего образца расходящимся пучком рентгеновского излучения без постоянного электрического поля.

Излагаемая работа дает возможность увеличить контраст рентгенодифракционных изображений дефектов кварцевых кристаллов и наблюдать даже такие дефекты, которые не наблюдаются при известных методах исследования.

§ 2. Рентгенографический способ выявления двойников в кварцевых кристаллах

Как известно, для кварца наиболее характерно два вида двойникования — по дофинейскому и бразильскому законам (имеются также двойник Лейдольта и японский двойник, но они встречаются довольно редко). При двойниковании по дофинейскому закону кристалл образуется путем срастания двух правых или двух левых кристаллов, повернутых друг относительно друга на 180° вокруг оси третьего порядка. При двойниковании по бразильскому закону кристалл правого кварца срастивается с левым кристаллом при параллельных осях третьего порядка. Срастание происходит по плоскости $(11\bar{2}0)$ [10].

В реальных двойниках двойниковые границы между сросшимися частями одиночных кристаллов представляют собой неправильные поверхности. Части одного кристалла, например, в дофинейском двойнике могут быть совершенно разделены друг от друга и образовать как бы острова в теле другого кристалла. В бразильских двойниках границы между частями левого и правого кристаллов почти всегда прямолинейны, т. к. двойникование кварца протекает без видимого смещения отдельных участков кристалла и, возможно, без разрушения в области двойникования.

Как видно из вышеуказанного, при двойниковании кристаллов его симметрия повышается, т. е. число элементов симметрии или порядок осей возрастает, вследствие чего полярность электрических зарядов на поверхности двойниковой пластинки бывает различна. Поэтому возбуждение пьезоколебаний в пластинке, состоящей на 50% по площади из одной и на 50% из другой компоненты двойника, невозможно.

Наличие двойников в кварцевых кристаллах резко снижает добротность кварцевых элементов и ограничивает область их применения. Как уже отмечалось, двойникование кварца протекает без видимого смещения отдельных участков кристалла, поэтому, по рентгенографическому методу Ланга, без внешнего воздействия иногда их видимость не обнаруживается.

Известны методы для исследования двойниковых структур кристаллов кварца: метод вращения плоскости поляризации и метод травления [12].

Однако нетрудно убедиться в том, что известными методами не во всех случаях можно обнаружить и исследовать двойниковую структуру кристаллов кварца. В случаях, когда на большие поверхности кварцевого элемента кристаллической пластинки нанесены электроды и когда плоскость двойникования параллельна этим поверхностям, то оптическими методами и методом травления невозможно обнаружить двойниковую структуру. В первом случае кварцевые элементы для света непрозрачны, а во втором — во вращении плоскости поляризации одно-

временно участвуют обе области двойникования, и поэтому суммарное вращение равно нулю. Когда плоскость двойникования параллельна большим поверхностям элемента, то каждая из больших поверхностей целиком принадлежит одному и тому же монокристаллу, и поэтому в



Рис. 3. а—топограмма от пьезокварцевого резонатора до воздействия электростатического поля, $\times 5$; б—топограмма от того же кристалла с наличием электростатического поля напряженностью 10 кВ/см , $\times 5$.

данном случае методом травления также невозможно обнаружить границу двойникования.

Примечательно, что часто в зависимости от предистории изготовления и режима работы в кварцевом элементе во время работы могут появляться двойники, некоторые после работы в перерывах исчезают. Поэтому возникает насущная потребность исследовать структуру кварцевых элементов во время их работы. Однако ни один из известных двойниковых методов не дает возможность исследовать двойниковую структуру, возникающую в кварцевых элементах во время их работы в электрических схемах.

Для исследования по методу Ланга получают топограмму от исследуемого кристалла, большие поверхности которого покрыты электродами. На фотоснимке (рис. 3а) не видны двойники (образец монокристаллический). После этого на образец подается постоянное электрическое поле и снимается вторая топограмма (рис. 3б). Здесь четко видны границы двойника, который не виден на снимке рис. 3а, полученного без электрического поля.

Таким образом, излагаемая работа дает возможность рентгенотопографическим методом выявить двойниковые структуры в кристаллических образцах (элементах) кварца, возникающие во время их работы. Эти структуры исследуются с помощью приложенного на эти кристаллы постоянного электрического поля.

Поэтому исследование двойниковой структуры—выявление двойников в кристаллах кварца с последующей отбраковкой кристаллов, негодных для производства, является задачей, имеющей большое народнохозяйственное значение. Увеличение чувствительности рентгенотопографических методов исследования совершенств монокристаллов пьезокварца, кроме того, имеет и большое значение в деле исследования механизма пьезоэлектрических колебаний кристалла.

ЛИТЕРАТУРА

1. Русаков А. А. Рентгенография металлов. М.: Атомиздат, 1977.
2. Ньюкирк Д., Верник Д. Прямое наблюдение несовершенств в кристаллах. М.: Металлургия, 1964.
3. Прямые методы исследования дефектов в кристаллах (под ред. Елистратова А. М.). М.: Мир, 1965.
4. Гогоберидзе Б. Д. Некоторые объемные дефекты кристаллов. Л.: ЛГУ, 1952.
5. Lang A. R. Miuskov V. F., Dislokations ant Fault surfaces in Synthetic Quartz.— J. Appl. Phys, 1967, 38, №6.
6. Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. М.: Мир, 1968.
7. Швутке Г. Прямое наблюдение несовершенств в полупроводниковых кристаллах методом аномального прохождения рентгеновских лучей.—J. Appl. Phys, 1962, 33, 2760.
8. Келли Б. Радиационное повреждение твердых тел. М.: Атомиздат, 1970.
9. Лапин Е. Г. и др., Эффект пьезоквазизначности при дифракции рентгеновского излучения—ЛИЯФ им. Б. П. Константинова АН СССР, Л., 1976, № 250.
10. Цинзерлинг Е. В. Искусственное двойникование кварца. М.: Наука, 1961.
11. Смагин А. Т., Ярославский Н. И. Пьезоэлектричество кварца и кварцевые резонаторы. М.: Энергия, 1970.
12. Физическая акустика (под ред. Мезона У.), М.: Мир, 1973, т. 5.

Ս. Հ. ԱԳԱՄՅԱՆ

**ՊԵՅՉՈՒԹՅՈՒՆԻՆԳՆԵՐԻ ԱՆԿԱՏԱՐԵԼԻՈՒԹՅԱՆ ՀԱՅՏՆԱՐԵՐՈՒՄԸ
ԻՆԵՏԿԵՆՅԱՆ ԳԻՖՐԱԿՑԻՈՆ ՏԵՂԱԳՐՄԱՆ ԵՂԱՆԱԿՈՎ**

Ա մ փ ո փ ո մ

Աշխատանքում քննարկված է քվարցի մոնոքրյուրեղում աճման ժամանակ առաջացող այսպես կոչված «թաքնված» թերությունների տեսանելի դարձնելու հարցը: Ցույց է տրված, որ վերոհիշյալ թերությունների տեսանելի դարձնելու համար անհրաժեշտ է ուսումնասիրվող նմուշի վրա կիրառել հաստատուն էլեկտրական դաշտ, որի հետևանքով նմուշում ընթացող առաձգական ձևափոխությունները և էլեկտրաստատիկ դաշտը նպաստավոր պայմաններ են ստեղծում թերությունների տեսանելի դառնալուն: