

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ  
Учреждение образования  
«БРЕСТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

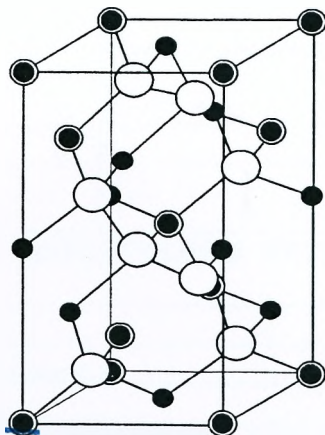
Кафедра физики

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторной работы Ф1  
«СТРОЕНИЕ ТВЕРДЫХ ТЕЛ И  
ДЕФЕКТЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ»

по дисциплине  
«ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ»

для студентов специальности  
1-36 04 02 «Промышленная электроника»  
дневной формы обучения



Брест 2007

**УДК 538.91, 539.22.620.18, 548.73**

Методические указания предназначены для студентов специальности 1-36 04 02 «Промышленная электроника» дневной формы обучения, выполняющих лабораторные работы по физическим основам электронной техники. Содержат теоретические сведения, задания для самостоятельной работы, контрольные вопросы и рекомендуемую литературу.

Составители: Т.Л. Кушнер, старший преподаватель  
И.С. Янусик, старший преподаватель

Рецензент: В.С. Костко, к. физ.-мат. наук, доцент кафедры общей физики БрГТУ им. А.С. Пушкина



**Цель работы.** Изучить строение кристаллических твердых тел и несовершенств их структуры; освоить метод рентгеноструктурного анализа; рассчитать параметры кристаллической решетки некоторых кристаллов; изучить метод ямок травления при контроле дефектов в полупроводниковых монокристаллах.

## I. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ О СТРОЕНИИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

### 1.1. Основные свойства твердых тел

Твердыми называются тела, обладающие постоянством формы и объема. Устойчивость твердого состояния обеспечивается природой химических связей между частицами вещества, когда энергия связи становится значительно больше кинетической энергии теплового движения самих частиц.

Различают *кристаллические* твердые тела и *аморфные*. При низких температурах термодинамически устойчивым состоянием всех веществ является кристаллическое. Под кристаллом понимают твердое тело с упорядоченной внутренней структурой. Однако в зависимости от свойств частиц кристаллизация может потребовать значительного времени, чтобы частицы успели перестроиться при охлаждении. Если молекулы вещества сильно переплетены, то уже в жидком состоянии это вещество обладает высокой вязкостью, препятствующей перегруппировке частиц при его охлаждении. В результате кристаллическое состояние практически не реализуется. Вещество при этом находится в твердом состоянии и представляет собой переохлажденную жидкость. Такое состояние вещества, характерное для высокомолекулярных соединений, называется аморфным.

Кристалл представляет собой трехмерную решетку, составленную из атомов или молекул, пространственное расположение которых определяет структуру кристалла. Кристаллам свойственно наличие периодической структуры, т.е. строгой повторяемости в пространстве взаимного расположения его частиц. В этом смысле говорят о присущем кристаллам дальнем порядке. Для аморфных веществ характерен ближний порядок, когда расположение соседних частиц вблизи выделенного атома почти периодически, но последующие соседи имеют малые случайные отклонения, которые, накапливаясь, ведут к разупорядочению структуры.

Кристаллические вещества могут представлять собой единый кристалл – *монокристалл* или соединение большого числа мелких сросшихся кристаллических зерен (кристаллитов), ориентированных хаотически (*поликристалл*). Наиболее характерными свойствами кристаллических веществ являются их анизотропия и наличие определенной температуры плавления. В то время как для аморфного состояния характерны изотропия свойств и отсутствие точки плавления. Вещество в процессе нагревания размягчается и переходит в жидкое состояние постепенно.

**Анизотропия** кристаллов – это зависимость их свойств от направления, вдоль которого эти свойства измеряются, т.е. следствие упорядоченного расположения частиц, при котором расстояние между соседними частицами и силы связи между ними различны в разных направлениях. Упорядоченность структуры является также причиной наличия в кристалле определенной температуры плавления, поскольку для разрыва связей между соседними частицами требуется одинаковая энергия.

## 1.2. Элементы симметрии в кристаллах

Анизотропия кристалла тесно связана с его симметрией. Симметрия заключается в способности к «самосовмещению» тела в различных своих положениях и в случае кристалла проявляется в том, что различные его признаки (внешняя форма, анизотропия свойств) оказываются одинаковыми для различных направлений. Симметрия кристаллов следует из симметричного расположения электронной плотности в атомах при образовании ими химических связей.

Симметрию кристалла можно рассматривать с двух точек зрения. Во-первых, кристаллы как конечные тела, обладающие анизотропией свойств, можно заменить многогранниками, имеющими одинаковую с ними симметрию, и описывать ее аналогично симметрии конечных фигур. В этом случае «самосовмещение» можно осуществить с помощью трех элементов симметрии: отражения, инверсии и поворотов.

**Инверсия** – это преобразование, при котором все координаты данной точки относительно центра инверсии, выбранного за начало координат, меняют знак:  $x$  на  $-x$ ,  $y$  – на  $-y$ ,  $z$  – на  $-z$ . **Зеркальное отражение** переводит правую фигуру в левую, т.е. плоскость симметрии делит кристалл на две части. **Осью вращения  $n$ -го порядка** называется ось, при повороте вокруг которой на угол  $360^\circ$  кристалл  $n$  раз совместится сам с собой. Существуют оси 1-го, 2-го, 3-го, 4-го и 6-го порядков, что отвечает поворотам соответственно на  $360^\circ$ ,  $180^\circ$ ,  $120^\circ$ ,  $90^\circ$  и  $60^\circ$ . Других типов осей симметрии не существует.

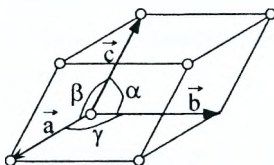
Группы симметрии, содержащие только операции инверсии, отражения и поворота, называются **точечными**, т.к. при этих операциях хотя бы одна точка тела остается на месте. При инверсии на месте остается одна точка, называемая центром инверсии, при отражении – точки, лежащие на плоскости, а при повороте – все точки, лежащие на прямой. Существует 32 набора всех вращений, отражений, инверсий и их возможных комбинаций, обеспечивающих «самосовмещение» кристалла (т.е. 32 варианта расположения объектов вокруг некоторой точки). Все кристаллы, имеющие одинаковую внешнюю форму, образуют один кристаллический класс, т.е. имеют точечную симметрию из 32 возможных.

С другой точки зрения, симметрия внешней формы кристалла – это следствие внутренней симметрии, обусловленной пространственной периодичностью составляющих его частиц. Периодическая структура кри-

сталла описывается пространственными группами, которые, кроме выше перечисленных операций поворота, инверсии и отражений, содержат еще один элемент симметрии – операции параллельных переносов (*трансляций*). Всего существует 230 пространственных групп.

### 1.3. Кристаллическая решетка

С точки зрения внутреннего строения, кристаллы можно представить в виде бесконечных тел, состоящих из одинаковых структурных элементов – блоков, которые переходят друг в друга при параллельных переносах (трансляциях) со строго определенной периодичностью. Каждый такой блок может содержать в себе атом, молекулу или их группу. Для того, чтобы описать кристалл, достаточно определить внешнюю форму такого блока. Для этого пользуются следующими понятиями: **векторы трансляции**  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$  и **углы** между ними  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ . Наименьший параллелепипед, построенный на векторах трансляции, называется **элементарной ячейкой** кристаллической решетки (рисунок 1.1).



**Рисунок 1.1** – Элементарная ячейка кристаллической решетки

Длины ребер элементарной ячейки  $a$ ,  $b$ ,  $c$  называются **постоянными решетки** для различных направлений. Таким образом, весь кристалл можно представить как последовательное повторение его элементарных ячеек. Поскольку существует множество способов выбора векторов  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$ , то при выборе элементарной ячейки руководствуются следующими правилами:

- объем ячейки должен быть минимальным;
- симметрия элементарной ячейки должна максимально соответствовать точечной симметрии самого кристалла.

Если из какой-либо точки пространства откладывать векторы трансляции  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$ , последовательно отмечая концы этих векторов точками, то в результате образуется бесконечная система точек, которую называют **пространственной решеткой** кристалла, а сами точки – **узлами** кристаллической решетки. Таким образом, пространственная решетка образует кристаллографическую систему координат, но не является эквивалентом структуры кристалла. Она характеризует только внешнюю форму элементарной ячейки, а внутри нее могут находиться атомы вещества. По взаимному расположению и соотношению векторов трансляции  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$  все пространственные решетки подразделяют на **сингонии**.

Сингония («син» – сходный, «гония» – угол, т.е. сходноугольность) – совокупность видов кристаллических решеток, обладающих сходными элементарными ячейками. Она определяется внешним видом элементарной ячейки и не зависит от расположения атомов внутри нее. Существует семь систем (сингоний) расположения атомов в кристаллической решетке. Сингонии классифицируются в соответствии с длинами  $a$ ,  $b$ ,  $c$  и углами  $\alpha$  (между  $b$  и  $c$ ),  $\beta$  (между  $c$  и  $a$ ), и  $\gamma$  (между  $a$  и  $b$ ) элементарной ячейки. У трех сингоний все оси составляют друг с другом прямой угол: кубическая, в которой все три ребра имеют одинаковую длину; тетрагональная, в которой два ребра из трех имеют одинаковую длину; и ромбическая, в которой все три ребра имеют различные длины. По степени убывания симметрии сингонии можно расположить таким образом:

1) кубическая	$a = b = c$ ,	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ;
2) тетрагональная	$a = b \neq c$ ,	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ;
3) ромбическая (ортогональная)	$a \neq b \neq c$ ,	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ;
4) гексагональная	$a = b \neq c$ ,	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$ ;
5) ромбоэдрическая (тригональная)	$a = b = c$ ,	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ ;
6) моноклиная	$a \neq b \neq c$ ,	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$ ;
7) триклинная	$a \neq b \neq c$ ,	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$ .

Наивысшей симметрией обладает кубическая система, наиболее низкой – триклинная.

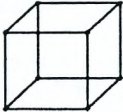


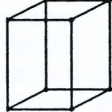
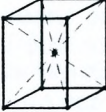
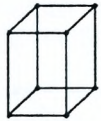
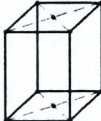



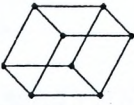
В отличие от элементарной ячейки структуры, число элементарных ячеек пространственной решетки ограничено. Всего существует 14 видов пространственных решеток, различающихся симметрией. Одинаковые точки можно расположить на плоскости пятью разными способами, допускающими бесконечное повторение. Для пространства же имеется 14 способов расположения одинаковых точек, удовлетворяющих требованию, чтобы у каждой из них было одно и то же окружение, т.е. 14 вариантов симметричного расположения узлов в пространстве. Такие пространственно-трансляционные решетки называют *решетками Браве*. О. Браве – французский ученый, который в 1848 году, исходя из геометрических соображений, доказал, что имеется 14 точечных групп, соответствующих числу возможных решеток.

Различают решетки: 1) *простые* (или примитивные), в которых узлы расположены только в вершинах параллелепипеда; 2) *базоцентрированные*, в которых узлы расположены в вершинах параллелепипеда и в центрах двух противоположных граней; 3) *объемноцентрированные* – узлы расположены в вершинах и в центре параллелепипеда; 4) *гранецентрированные* – узлы расположены в вершинах и в центрах всех граней параллелепипеда. Решетки 2, 3 и 4-го типов называются *сложными*. Триклинной, ромбоэдрической и гексагональной сингониям соответствует по одной решетке Браве; моноклиной – две; ромбиче-


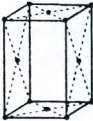
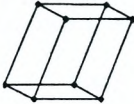
ской – четыре; тетрагональной – две и кубической – три. Объемноцентрированную и гранецентрированную решетки кубических кристаллов обозначают соответственно ОЦК и ГЦК.

В международной классификации вышеописанные решетки получили специальные обозначения и различаются по числу атомов, приходящихся на элементарную ячейку: P – примитивная (на элементарную ячейку приходится 1 атом); J – объемноцентрированная (на элементарную ячейку приходится 2 атома); F – гранецентрированная (на элементарную ячейку приходится 4 атома); B, C – базоцентрированная (на элементарную ячейку приходится 2 атома). Все типы решеток Браве, соответствующие различным сингониям, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Элементарные ячейки решеток Браве

Тип решетки Сингонии	Простая	Базоцентрированная	Объемноцентрированная	Гранецентрированная
Кубическая $a=b=c$ , $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P 		J 	F 
Тетрагональная $a=b \neq c$ , $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P 		J 	
Ромбическая $a \neq b \neq c$ , $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P 	C 	J 	F 
Гексагональная $a=b \neq c$ , $\alpha=\beta=90^\circ$ , $\gamma=120^\circ$	P 			
Ромбодрическая $a=b \neq c$ , $\alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$ , $\alpha \neq \beta \neq \gamma < 120$	P 			

Продолжение таблицы 1

<p>Моноклинная  <math>a \neq b \neq c</math>,  <math>\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma</math></p>	<p>P</p> 	<p>B</p> 		
<p>Триклинная  <math>a \neq b \neq c</math>,  <math>\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ</math></p>	<p>P</p> 			

Всякую сложную решетку можно представить в виде нескольких простых, смещенных друг относительно друга на определенную величину. Относительное смещение соответствующих подрешеток указывается с помощью базисных векторов (рисунок 1.2). Поэтому сложные решетки также называют решетками с базисом.

**Базисом** называется совокупность координат всех атомов, входящих в состав элементарной ячейки. Для того чтобы описать реальную кристаллическую структуру, требуется задать соответствующую решетку Браве и указать базис. Базис определяет количество вещества, содержащееся в объеме элементарной ячейки, т.к. число атомов, помещенных в точки базиса, соответствует количеству атомов  $Z$ , приходящихся на одну элементарную ячейку. Так, все простые элементарные ячейки содержат только один атом. Например, в простой кубической решетке каждый из восьми атомов в вершинах куба принадлежит элементарной ячейке на  $1/8$  часть, соответственно  $Z=8 \cdot 1/8=1$ . Тогда как в элементарной ячейке ОЦК находятся два атома ( $Z=(8 \cdot 1/8)+1=2$ ); в ячейке ГЦК –  $Z=(8 \cdot 1/8)+6 \cdot 1/2=4$ .

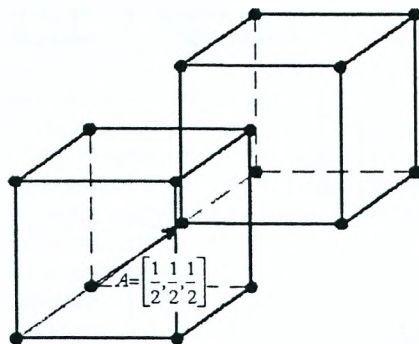
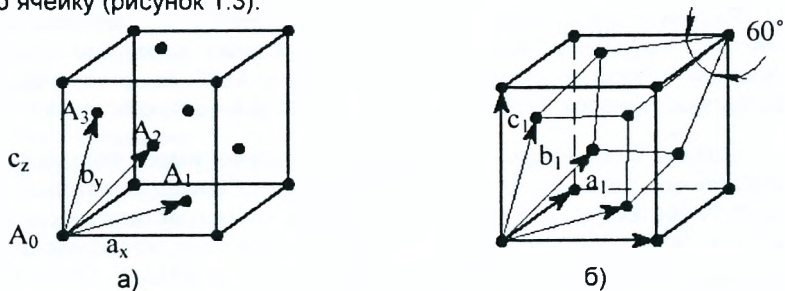


Рисунок 1.2 – Задание базиса в ОЦК решетке



Все решетки Браве являются формально простыми, т.е. элементарная ячейка в них может быть выбрана таким образом, чтобы она содержала только один атом. Например, решетку ГЦК можно рассматривать как сложную, состоящую из четырех простых, с базисом  $A_0(0, 0, 0)$ ;  $A_1(a/2, a/2, 0)$ ;  $A_2(a/2, 0, a/2)$ ;  $A_3(0, a/2, a/2)$ , если за основные векторы принять векторы  $\vec{a}_x, \vec{b}_y, \vec{c}_z$ . Если же за основу принять векторы, направленные к центрам прилегающих граней  $\vec{a}_1, \vec{b}_1, \vec{c}_1$ , то получится примитивная ромбоэдрическая ячейка, имеющая один атом на элементарную ячейку (рисунок 1.3).

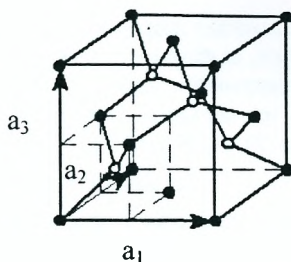


**Рисунок 1.3** – Преобразование сложной решетки ГЦК в примитивную ромбоэдрическую: а) – задание базиса в решетке ГЦК; б) – векторы трансляции в ромбоэдрической ячейке

Соответствующим выбором основных векторов трансляции можно преобразовать и все другие решетки Браве в примитивные. Однако сведение этих ячеек к простым формам нецелесообразно, поскольку полученная при этом ячейка не будет содержать все точечные группы симметрии.

Рассматривая строение кристаллических веществ, следует различать понятия о структуре и структурном типе. **Структурный тип** характеризует относительное расположение атомов в пространстве без указания расстояний между ними. Наименование структурного типа дается по одному из веществ, имеющих решетку данного типа. Например, многие полупроводники и полупроводниковые соединения имеют кристаллическую решетку типа алмаза. Ее можно рассматривать как две гранецентрированные кубические решетки, сдвинутые друг относительно друга на четверть пространственной диагонали куба, как это показано на рисунке 1.4. Чтобы охарактеризовать структуру какого-либо вещества, кроме его структурного типа, требуется указать также параметры его элементарной ячейки.

Структурный тип получаемых кристаллов (если он может быть различным) зависит от методов и условий выращивания, а также может изменяться в уже полученных кристаллах под воздействием температуры. Этот процесс связан с тепловым движением атомов в узлах решетки.



**Рисунок 1.4** – Элементарная кубическая ячейка решетки алмаза: Линиями выделены связи между ближайшими соседями. Светлыми кружками показаны узлы, соответствующие ГЦК решетке, смещенной вдоль пространственной диагонали на вектор  $\mathbf{A}$  ( $a/4, a/4, a/4$ ).

Большинство веществ в твердом состоянии имеет только один определенный тип кристаллической структуры. Однако некоторые из них могут существовать в виде двух или нескольких кристаллических структур. Например, углерод может существовать в двух модификациях: графита (гексагональная решетка слоистого типа) и алмаза. Такое явление называется **полиморфизмом**, а сами модификации – **аллотропическими**. Полиморфное превращение обусловлено изменением объема, приходящегося на один атом решетки, при воздействии на кристалл температуры или давления. Понижение температуры или увеличение давления ведет к уменьшению тепловых колебаний атомов кристаллической решетки и, следовательно, к уменьшению объема, занимаемого атомом. В результате образуется модификация с более плотной упаковкой. Компактность упаковки кристаллической решетки характеризуется **коэффициентом заполнения  $k$** , который равен отношению объема всех атомов, находящихся в элементарной ячейке, к объему этой ячейки. Для простой кубической решетки  $k=0,524$ , для ОЦК –  $k=0,68$ , ГЦК –  $k=0,74$ .

#### 1.4. Дефекты структуры кристалла

Идеальных кристаллов с идеальной решеткой не существует. В реальных кристаллах имеются различные дефекты, нарушающие периодичность в расположении атомов. Структурные дефекты в кристаллах подразделяют на **нульмерные, одномерные, двумерные и трехмерные**.

**Нульмерные** (точечные дефекты) делятся на энергетические, электронные и атомные. К **энергетическим дефектам** относятся временные изменения регулярности решетки кристалла – фононы, вызванные тепловыми колебаниями атомов решетки. **Электронные дефекты** представляют собой избыточные электроны, отсутствие электронов в валентных связях между атомами (дырки) и экситоны (пары электрон-дырка), связанные между собой кулоновскими силами. **Атомные дефекты** подразделяются на **собственные** (тепловые) и **примесные**.

Тепловые дефекты имеются в кристаллах при любых температурах, отличных от абсолютного нуля, и проявляются либо в виде незанятых узлов – вакансий (*дефекты по Шоттки*), либо как образования, состоящие из вакансии и атома, смещенного в междоузлие (*дефекты по Френкелю*). Примеси посторонних атомов в зависимости от своих размеров могут располагаться в узлах решетки или в междоузлиях. Такие дефекты называются соответственно *примесями замещения* и *примесями внедрения*.

**Одномерные** – линейные дефекты (краевые и винтовые дислокации) образуются в кристаллах, подвергнувшихся внешним деформациям. При краевом сдвиге верхний слой атомов кристалла перемещается относительно нижнего, в результате чего одна из атомных плоскостей внутри кристалла обрывается. Граница атомной полуплоскости называется *краевой дислокацией*. Она представляет собой линию, лежащую в плоскости скольжения и отделяет область кристалла, претерпевшую сдвиг (рисунок 1.5 а). В случае *винтовой дислокации* одна часть кристалла смещена относительно другой в направлении, параллельном линии дислокации и образует слой атомов, поднимающихся над плоскостью кристалла в виде ступени. При этом весь кристалл состоит как бы из одной атомной плоскости, закрученной по винтовой линии вокруг дислокации (рисунок 1.5 б).

**Двумерные** (поверхностные дефекты) – поверхности монокристалла, границы зерен поликристаллов, плоскости двойникования (когда одна часть кристаллической решетки в процессе роста занимает зеркальное положение относительно другой).

**Трехмерные** (объемные дефекты) – трещины, полости, включения другой фазы и т.д.

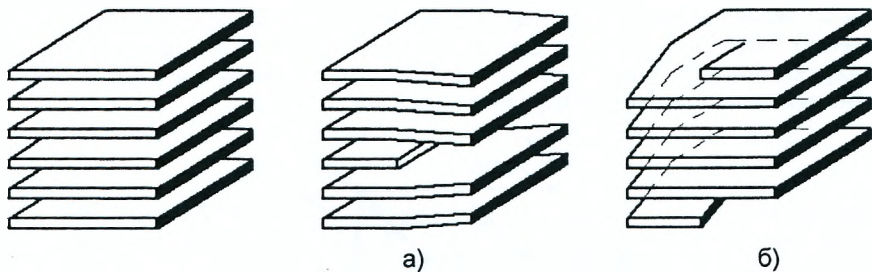


Рисунок 1.5 – Линейные дефекты (дислокации): а) – краевая; б) – винтовая

Наиболее простым методом выявления дислокаций является *метод химического травления* поверхности кристалла специально подобранным травителем. Поскольку дислокации ослабляют силы связи между частицами в кристалле, то в местах выхода дислокаций на поверхность образуются ямки из-за значительно более высокой скорости травления. Форма ямок определяется ориентацией плоскости, где проводится травление.

Кинетика процессов травления состоит из следующих этапов:

- диффузия химического реагента травления;
- адсорбция реагента;
- поверхностная реакция;
- десорбция продуктов взаимодействия;
- диффузия продуктов реакции от поверхности.

За количественную характеристику принимают плотность дислокаций, приходящихся на единицу поверхности (как правило на  $1 \text{ см}^2$ ). Плотность порядка  $10^2$ – $10^3 \text{ см}^{-2}$  соответствует качественным кристаллам, в то время как в сильно деформированных плотность дислокаций составляет  $10^{11}$ – $10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Дислокации образуются в процессе роста кристаллов или при их механической обработке.

### 1.5. Обозначение узлов и направлений в кристалле. Индексы Миллера.

Положение узла в решетке определяется координатами, выраженными в единицах постоянных решетки:  $a$ ,  $b$ , и  $c$ . Начало координат берется в вершине элементарной ячейки. Координаты узлов называются **индексами узлов** и записывают в двойных квадратных скобках  $[[a \ b \ c]]$ . Если значения координат узла отрицательные, над соответствующим индексом ставится знак минус  $[[\bar{a} \ \bar{b} \ \bar{c}]]$ . Положение узла в одном углу элементарной ячейки обозначается  $[[0 \ 0 \ 0]]$ , в противоположном – соответственно  $[[1 \ 1 \ 1]]$ . Точкам на поверхности и внутри ячеек будут соответствовать дробные числа: центр грани –  $[[1/2 \ 1/2 \ 0]]$ , центр ячейки –  $[[1/2 \ 1/2 \ 1/2]]$ .

Для определения направления в кристалле достаточно указать индексы первого узла, лежащего на прямой, проходящей через начало координат и параллельной заданному направлению. Индексы направлений записываются в квадратных скобках –  $[abc]$ . Направление  $[111]$  обозначает пространственную диагональ (рисунок 1.6). Индексы  $[121]$  и  $[242]$  обозначают одно и то же направление. Полная система эквивалентных направлений обозначается как  $\langle a \ b \ c \rangle$ .

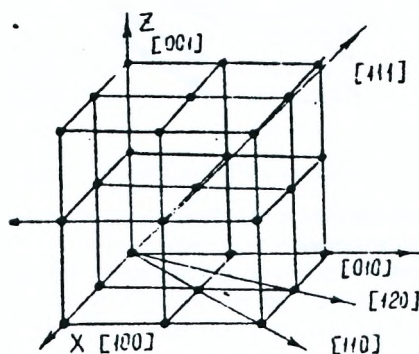


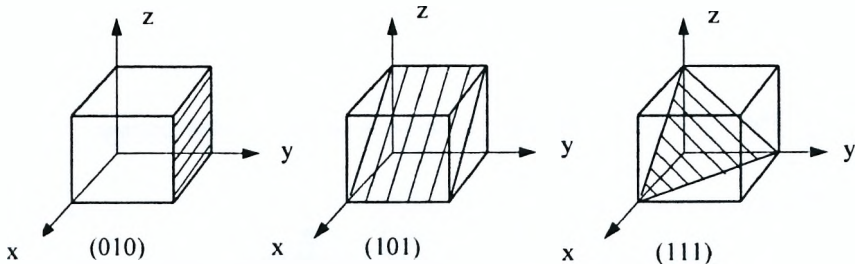
Рисунок 1.6 – Индексы (символы) направлений

Плоскости кристалла задаются **индексами Миллера**. Они определяются следующим образом:

1) находятся точки, в которых данная плоскость пересекает оси координат. Координаты записываются в единицах постоянных решетки;

2) берутся обратные значения полученных чисел, приводятся к общему (наименьшему) знаменателю и знаменатель отбрасывается. Плоскости обозначаются индексами в круглых скобках ( $hkl$ ). Если плоскость пересекает ось в области отрицательных значений координат, то соответствующий индекс пишется с верхней чертой.

Например, пусть плоскость пересекает оси координат в точках с координатами  $x=3$ ,  $y=-2$ ,  $z=1$ . Обратные значения будут  $1/3$ ;  $-1/2$ ;  $1$ . Приведя к общему знаменателю и отбросив его, можно записать индексы Миллера данной плоскости как  $(2\bar{3}6)$ . Если плоскость параллельна какой-либо координатной оси, то соответствующий индекс будет равен нулю. Поэтому плоскостям, пересекающим грани куба по диагонали, соответствуют обозначения  $(110)$ ,  $(101)$ ,  $(011)$ , а плоскости граней куба обозначаются  $(100)$ ,  $(010)$ ,  $(001)$ . Чем больше величина какого-либо индекса Миллера плоскости, тем ближе к началу координат расположено место ее пересечения с соответствующей осью. На рисунке 1.7 показаны примеры обозначения некоторых плоскостей в кубическом кристалле.



**Рисунок 1.7** – Главные плоскости в кубическом кристалле и их индексы Миллера

Индексами Миллера ( $hkl$ ) задается положение не какой-то конкретной плоскости, а целое семейство параллельных плоскостей. Плоскости, эквивалентные по характеру симметрии, по своим физическим свойствам (например, шесть граней куба), образуют семейство эквивалентных плоскостей и обозначаются фигурными скобками  $\{hkl\}$ , что означает краткую запись совокупности плоскостей, индексы которых могут быть получены из значений  $hkl$  при всевозможных их перестановках и перемещениях знака. Так, для кубического кристалла  $\{100\}$  эквивалентны плоскости с индексами:  $(100)$ ,  $(010)$ ,  $(001)$ ,  $(0\bar{1}0)$ ,  $(0\bar{0}1)$ ,  $(00\bar{1})$ . Для кубических кристаллов направление  $[hkl]$  перпендикулярно плоскости с такими же индексами Миллера ( $hkl$ ).

Расстояние  $d$  между соседними плоскостями с индексами Миллера ( $hkl$ ) можно определить следующим образом. Пусть имеется кристаллическая решетка с постоянными  $a, b$ , и  $c$ . Проведем через узлы решетки семейство параллельных плоскостей с индексами ( $hkl$ ). Тогда расстояние между этими плоскостями  $d$  будет равно длине перпендикуляра, опущенного из начала координат на ближайшую плоскость. Обозначим длины отрезков, отсекаемых этой плоскостью на координатных осях  $x, y, z$ , соответственно через  $A, B$  и  $C$  (рисунок 1.8).

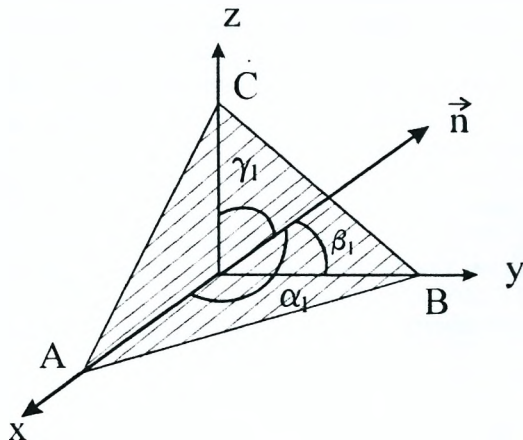


Рисунок 1.8 – К выводу уравнения квадратичной формы

По определению индексов Миллера  $h = \frac{a}{A}$ ,  $k = \frac{b}{B}$ ,  $l = \frac{c}{C}$ . Если обозначить углы между нормалью к данной плоскости и координатными осями  $x, y, z$  соответственно через  $\alpha, \beta$  и  $\gamma$ , то расстояние  $d$  можно выразить, как  $A \cdot \cos \alpha_1$ ,  $B \cdot \cos \beta_1$ ,  $C \cdot \cos \gamma_1$ , т.е.

$$d = \frac{a \cdot \cos \alpha_1}{h} = \frac{b \cdot \cos \beta_1}{k} = \frac{c \cdot \cos \gamma_1}{l} \quad (1.1)$$

Для кубической сингонии  $a=b=c$ . С учетом того, что  $\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1$ , получим для  $d$  квадратичную форму:

$$d^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2} \quad (1.2)$$

## II. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

### 2.1. Дифракция рентгеновских лучей. Формула Вульфа-Брэгга

Основным методом исследования структуры кристаллов является метод дифракции рентгеновских лучей. Рентгеновские лучи – это электромагнитные волны длиной порядка  $10^{-10}$  м. Атомы в кристаллах расположены друг от друга примерно на таком же расстоянии. Поэтому кристалл представляет собой естественную пространственную дифракционную решетку для рентгеновских лучей. Геометрическое условие возникновения дифракционной картины было получено Вульфом и Брэггом. Рентгеновские лучи обладают большой проникающей способностью, однако определенная доля излучения отражается от плоскостей, в которых расположены атомы кристаллической решетки (рисунок 2.1). Отраженные лучи интерферируют друг с другом, в результате происходит их взаимное усиление или ослабление. Результат интерференции зависит от разности хода лучей  $\Delta$ , отраженных от параллельных плоскостей. Усиление происходит, когда отраженные лучи находятся в одинаковой фазе, т.е.  $\Delta$  равно целому числу длин волн.

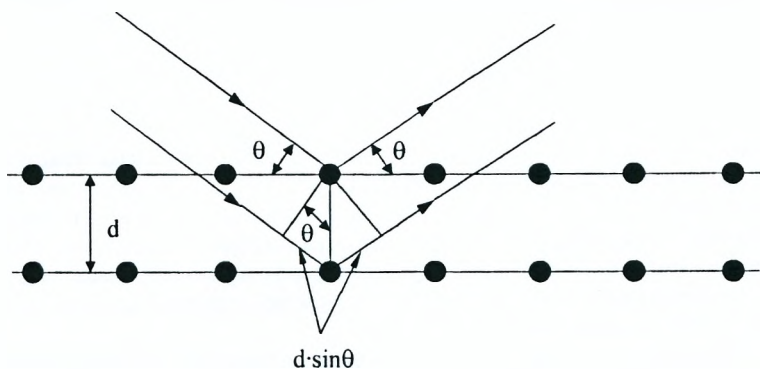


Рисунок 2.1 – К выводу уравнения Вульфа-Брэгга

Если расстояние между плоскостями отражения равно  $d$ , то разность хода  $\Delta = 2d \cdot \sin \theta$ . Следовательно, усиление происходит при условии:

$$2d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda, \quad (2.1)$$

где  $n$  – целое число, называемое порядком отражения.

Уравнение (2.1) получило название **формулы Вульфа-Брэгга** и представляет собой условие возникновения дифракционных максимумов. Каждый максимум образуется суммированием отражений от атомов всех параллельных плоскостей в семействе  $\{hkl\}$ . При расчетах воз-

можных отражений принимают  $n=1$ . Если  $n \neq 1$ , формулу Вульфа-Брэгга можно переписать в следующем виде:

$$\frac{2 \cdot d}{n} = \frac{\lambda}{\sin \theta} \quad (2.2)$$

## 2.2. Основы анализа простых кубических решеток

Каждой плоскости  $(hkl)$  отвечает определенный угол  $\theta$ , при котором возникает интерференционный максимум. Набор последовательных комбинаций  $\lambda$  и  $\theta$ , при которых наблюдаются отраженные максимумы от плоскостей с индексами  $(hkl)$ , разделенных межплоскостным расстоянием  $d$ , позволяет судить о пространственном расположении этих плоскостей и, следовательно, о реальной структуре данного кристалла. При этом очевидно, что если расстояния между соседними плоскостями  $d$  меньше, чем  $\lambda/2$ , то уравнение Вульфа-Брэгга не выполняется ни при каких значениях  $\theta$ .

Зависимость между индексами отражающей плоскости  $(hkl)$  и углом скольжения  $\theta$  для кристаллов с кубической элементарной ячейкой можно найти, сопоставив формулы (1.2) и (2.1):

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2a} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2.3)$$

Из соотношения (2.3) следует, что чем больше сумма квадратов индексов  $h^2+k^2+l^2$  плоскости, тем больше угол  $\theta$ . Следовательно, на рентгенограмме интерференционные линии располагаются в порядке возрастания суммы квадратов индексов отражающих плоскостей. Исходя из этого, можно составить таблицу, показывающую очередность расположения интерференционных линий на рентгенограмме кристалла (таблица 2, колонка «простая кубическая»).

Пользуясь соотношением (2.3), можно также установить максимально возможное число интерференционных линий на рентгенограмме. Правая часть (2.3) не может быть больше единицы и, следовательно, появиться могут лишь те линии, для которых

$$\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \leq \frac{2a}{\lambda} \quad (2.4)$$

Таким образом, количество линий на рентгенограмме определяется длиной волны рентгеновских лучей, а также размерами и формой элементарной ячейки. Чем меньше  $\lambda$ , тем больше линий появится на рентгенограмме.



### 2.3. Эффективное отражение в реальных кристаллах

Соотношение Вульфа-Брэгга зависит только от расстояния между плоскостями и не учитывает расположение атомов в каждой из плоскостей. Следовательно, условие Вульфа-Брэгга является необходимым, но не достаточным условием эффективного отражения рентгеновских лучей от кристалла. При выполнении условия Вульфа-Брэгга для кристаллов с простой кубической решеткой на рентгенограмме должен появиться последовательный ряд линий – 100, 110, 111, 200, 210 и других, указанных в таблице 2. При этом интенсивность максимумов будет определяться числом отражающих центров (атомов) в данных плоскостях. Однако кристаллов с простой кубической решеткой в природе практически не существует.

Реальные кристаллы имеют элементарные ячейки, в которых атомы располагаются не только в вершинах, но и внутри, а также на боковых гранях ячейки. Поэтому усиленное брэгговское отражение от атомов, лежащих в одной плоскости ( $hkl$ ), может находиться в противофазе с лучами, рассеянными от других атомов базиса и, следовательно, должно ослабляться. Соответственно некоторые линии на рентгенограммах при этом могут совершенно исчезнуть.

Так, на рентгенограмме кристалла с ОЦК будут отсутствовать отражения, для которых сумма индексов равна нечетному числу, т.е. отражения от плоскостей (100), (111), (210), (221), (311) и т.д. Для ГЦК решетки отражение дают только те плоскости, индексы которых либо все четные, либо все нечетные, т.е. на рентгенограмме отсутствуют линии 100, 110, 210, 211, 310 и т.д. Для решетки типа алмаза существуют отражения от плоскостей, имеющих либо все нечетные индексы  $h,k,l$ , либо все четные, но сумма которых делится на 4 (см. таблицу 2). Все вышеперечисленные особенности соответствуют так называемым правилам погасания в рентгеноструктурном анализе.

Для других сингоний, кроме кубической, правила погасаний отличаются от вышеописанных. Эти правила можно найти в специальной литературе по рентгеноструктурному анализу.

**Таблица 2** – Очередность расположения интерференционных линий на рентгенограммах кристаллов с кубической элементарной ячейкой

№ п/п	Тип ячейки							
	простая кубическая		ОЦК		ГЦК		типа алмаза	
	$hkl$	$h^2+k^2+l^2$	$hkl$	$h^2+k^2+l^2$	$hkl$	$h^2+k^2+l^2$	$hkl$	$h^2+k^2+l^2$
1	100	1	—	—	—	—	—	—
2	110	2	110	2	—	—	—	—
3	111	3	—	—	111	3	111	3
4	200	4	200	4	200	4	—	—

Продолжение таблицы 2

5	210	5	—	—	—	—	—	—
6	211	6	211	6	—	—	—	—
7	220	8	220	8	220	8	220	8
8	221	9	—	—	—	—	—	—
9	310	10	310	10	—	—	—	—
10	311	11	—	—	311	11	311	11
11	222	12	222	12	222	12	—	—
12	320	13	—	—	—	—	—	—
13	321	14	321	14	—	—	—	—
14	400	16	400	16	400	16	400	16
15	410	17	—	—	—	—	—	—
16	330	18	330	18	—	—	—	—
17	331	19	—	—	331	19	331	19
18	420	20	420	20	420	20	—	—
19	421	21	—	—	—	—	—	—
20	332	22	332	22	—	—	—	—
21	422	24	422	24	422	24	422	24
22	430	25	—	—	—	—	—	—
23	431,51 0	26	431	26	—	—	—	—
24	333,51 1	27	—	—	333	27	333,51 1	27

#### 2.4. Индексирование рентгенограммы

Для определения постоянной решетки исследуемых веществ, помимо межплоскостных расстояний  $d$ , необходимо установить индексы каждой интерференционной линии на рентгенограмме. В случае кристаллов с кубической решеткой для индексирования рентгенограммы можно воспользоваться выражением (2.3). Из него следует, что отношение значений квадратов синусов для двух плоскостей с разными индексами будет равно

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_2} = \frac{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2} \quad (2.5)$$

Найдем последовательный ряд отношений  $\sin^2 \theta$  для всех линий рентгенограммы, начиная с первой. Каждый тип элементарной ячейки будет характеризоваться своим рядом. Из таблицы 2 следует, что для ОЦК ячейки он будет представлен отношением чисел 2:4:6:8:10..., для ГЦК – отношением 3:4:8:11:12:16..., а для решетки типа алмаза – 3:8:11:16:19... и т.д. Следовательно, зная ряд отношений  $\sin^2 \theta$ , можно

определить тип элементарной ячейки и индексы каждой линии, приписывая им соответствующие значения  $hkl$  по таблице 2.

В соответствии с правилами погасаний некоторые линии рентгенограммы отсутствуют, но из-за наличия посторонних включений могут появиться «лишние» линии. Поэтому на практике удобнее пользоваться приведенными рядами, полученными делением соответствующих величин  $\sin^2\theta$ , каждой линии на значение  $\sin^2\theta_1$  первой линии. Находят значение  $q$ , по следующей формуле:

$$q_i = \frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}. \quad (2.6)$$

Уже по первым значениям чисел  $q$ , можно определить тип решетки:

Для ОЦК  $q_i = 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10$  и т.д.

Для ГЦК  $q_i = 1; 1,33; 2,66; 3,67; 4; 5,33$  и т.д.

Для решетки типа алмаза  $q_i = 1; 2,66; 3,67; 5,33; 6,33; 8$  и т.д.

Определив индексы Миллера для каждой линии рентгенограммы, можно найти постоянную решетки кристалла  $a$ . Из (1.2) следует:

$$a = d \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (2.7)$$

Наиболее точно определяют период решетки по линиям для больших углов отражения  $\theta$ . Вычислив  $a$  для нескольких линий, рассчитывают его среднее значение  $\langle a \rangle$ . Зная тип решетки, величину  $\langle a \rangle$  и значения  $d$  для соответствующих плоскостей отражений ( $hkl$ ), по таблицам определяют, какому веществу принадлежит полученная рентгенограмма и какие линии рентгенограммы принадлежат посторонним включениям.

По вычисленному параметру решетки можно определить число атомов, приходящихся на элементарную ячейку, и таким образом проверить ее тип. Из соотношения, определяющего плотность кристалла  $\rho$ :

$$\rho = \frac{M}{V_{\text{мол}}}, \quad (2.8)$$

где  $M$  – молярная масса вещества;

$V_{\text{мол}}$  – его молярный объем.

Если  $Z$  – число атомов, приходящихся на одну элементарную ячейку, то одному атому соответствует объем:

$$V_{\text{ат}} = \frac{a^3}{Z}. \quad (2.9)$$

Молярный объем можно рассчитать как

$$V_{\text{мол}} = N_A \cdot V_{\text{ат}} \quad (2.10)$$

где  $N_A$  – число Авогадро, то

$$\rho = \frac{Z \cdot M}{N_A \cdot a^3}, \quad (2.11)$$

тогда число атомов в элементарной ячейке

$$Z = \frac{\rho \cdot a^3 \cdot N_A}{M} \quad (2.12)$$

В случае правильных расчетов после округления полученного числа  $Z$  до целого для решетки ОЦК  $Z = 2$ , для ГЦК –  $Z = 4$ , для решетки типа алмаза –  $Z = 8$ .

### III. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

#### 3.1. Получение рентгенограмм

Основными методами рентгеноструктурного анализа кристаллов являются:

1) метод Лауэ, в котором неподвижный монокристалл облучается узким пучком рентгеновских лучей. Но этот метод часто используется для ориентации кристаллов и крайне редко для исследования их структуры;

2) метод вращения кристалла, когда на вращающийся образец направляют узкий пучок монохроматических рентгеновских лучей;

3) метод порошков (метод Дебая-Шерера), когда монохроматический пучок рентгеновских лучей направляют на поликристаллический образец или порошок, полученный путем растирания монокристалла.

Независимо от метода целью рентгеноструктурного анализа является определение атомно-кристаллического строения твердых тел и установление связи между структурой и свойствами исследуемых материалов.

Для проведения рентгеноструктурных исследований широкое применение нашли рентгеновские дифрактометры, которые по сравнению с фотографическими установками имеют ряд преимуществ. Основными из них являются быстрота и точность. В настоящее время чаще всего применяются рентгеновские дифрактометры общего назначения (ДРОН).

Монокристаллический или поликристаллический образец помещают на подложку и направляют на него пучок монохроматических рентгеновских лучей определенной длины волны. Источник излучения подвижен, т.к. угол падения на кристаллографические плоскости должен изменять-

ся. После дифракции рентгеновских лучей, описанной в п.2.1. данной работы, получают максимумы интенсивности отраженного света от ряда плоскостей. Результаты рентгеновского анализа можно вывести на печать в виде таблиц интенсивности в зависимости от угла скольжения или в виде графика, что более наглядно и удобно. Такие графики называют рентгенограммами. Пример одной из них приведен на рисунке 3.1. Ломаная зигзагообразная линия называется уровнем фона, а поднимающиеся узкие максимумы – пиками интенсивности. Для расчета важно знать угловое положение пика интенсивности (оно определяется по положению максимальной точки пика), т.к. по нему из условия Вульфа-Брэгга можно определить расстояние между кристаллографическими плоскостями. Если конечной целью расчета является определение периодов кристаллической решетки, то кроме межплоскостных расстояний необходимо установить индексы каждой интерференционной линии на рентгенограмме.

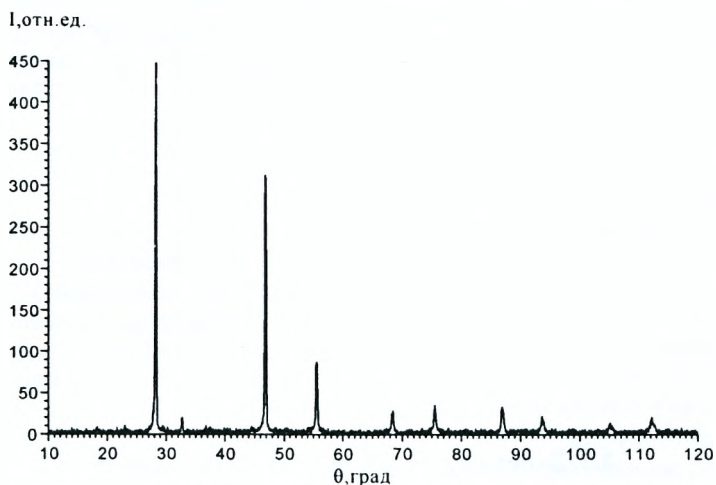
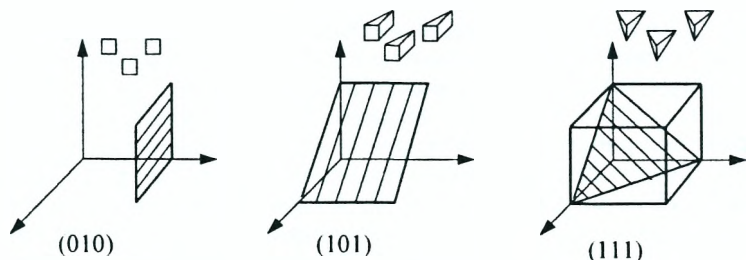


Рисунок 3.1 – Рентгенограмма кристалла  $\text{CuGa}_3\text{Se}_5$

### 3.2. Контроль дефектов в монокристаллах методом ямок травления

С помощью химического травления выявляют наличие дислокаций на поверхности кристаллов. Вещество подвергается более быстрому растворению в местах выхода дислокаций на поверхность, т.к. прочность химических связей атомов вдоль или вблизи дефектов будет минимальной. В этих местах благодаря максимальной скорости реакции образуются ямки травления, форма которых зависит от ориентации плоскости, по которой идет травление. На рисунке 3.2 показаны фигуры травления для основных кристаллографических плоскостей кубических кристаллов.



**Рисунок 3.2** – Фигуры травления для основных кристаллографических плоскостей в кубических кристаллах

Состав травителя определяется эмпирически. Например, для Si в плоскости с ориентацией (111) используют селективный травитель (CrO<sub>2</sub> (50 г)+H<sub>2</sub>O (100 мл)+HF (100 мл) или травитель Дэша (HNO<sub>3</sub> (3 мл)+HF (1 мл)+ CH<sub>3</sub>COOH (12 мл)). Контроль картины травления проводят с помощью микроскопа. При просмотре протравленной поверхности (111) в отраженном свете дислокации представляют собой темные треугольники с тремя, двумя или одной четкими границами.

Особое внимание уделяется предварительной отмывке, поскольку травление загрязненных образцов редко дает удовлетворительные результаты. Для удаления загрязнений и пыли образец промывают в дистиллированной воде и обезжиривают кипячением в растворителе или протирают ватным тампоном с растворителем. Травлению с целью выявления дислокаций обязательно предшествует химическая полировка. В процессе нее удаляется поверхностный слой и получается зеркальная поверхность. Методом химического травления выявляют не все дислокации, а только те, которые идут перпендикулярно шлифу или с незначительным отклонением от этого направления.

### 3.3. Задания для самостоятельной работы

- Получите у преподавателя рентгенограммы или вариант задания из таблицы 3, указывающие положения пиков интенсивности.
- Снимите с рентгенограммы или найдите в таблице с соответствующим вариантом задания следующие характеристики:
  - относительную интенсивность линий  $I_i/I_1$ ;
  - значение двойного угла скольжения  $2\theta$ , соответствующего каждой линии.
- Организуйте таблицу по предлагаемому образцу.

№ п/п	$I_i/I_1$ , %	$2\theta_i$ , град	$\theta_i$ , град	$\sin \theta_i$	$d_{hkl}$ , Å	$q$	Сумма $h_i^2+k_i^2+l_i^2$		hkl	$a_i$ , Å	$\Delta a_i$ , Å
							грубо	точно			

4. Заполните все колонки таблицы, руководствуясь следующими правилами. Нумерация линий начинается с первой на рентгенограмме в направлении увеличения  $\theta$ . Наиболее интенсивная линия принимается за 100% (как правило, первая линия), а остальные сравниваются с ней и вычисляют относительную интенсивность  $I_i/I_1$ . Значение  $d_{hkl}$  рассчитывается по формуле Вульфа-Брэгга (см. (2.1) п.2.1). Тип решетки определяется по методике, описанной в п.2.4. Индексы линий  $hkl$  находятся из таблицы 2. (см. п.2.2). Для кубической решетки период определяется по формуле (2.6) (см. п.2.4). Погрешность определения параметра решетки рассчитывается по формуле:

$$\Delta a = a \cdot \operatorname{ctg} \theta \cdot \Delta \theta, \quad (3.1)$$

где  $a$  – период решетки, выраженный в Å (ангстремах);

$\theta$  – угол скольжения, выраженный в градусах;

$\Delta \theta$  – погрешность угла, задаваемая прибором ( $\Delta \theta = 0,005$  град).

5. Сравните полученные результаты с данными, приведенными в литературе или с паспортными данными к работе (таблица 4). Если среднее значение периода решетки сильно отличается от известных результатов, сравните значение периода, соответствующего наибольшему углу  $\theta$ . Определите, какое вещество Вы исследовали?
6. Проверьте тип элементарной ячейки, посчитав число атомов, приходящихся на одну ячейку. Для этого используйте выражение (2.12) из п.2.4 и необходимые данные из таблицы 4. Сделайте соответствующие выводы.
7. Получите у преподавателя кремниевые пластины. С помощью микроскопа добейтесь четкой картины травления. Определите плотность дислокаций в исследуемом образце. Для этого просмотрите поверхность образца в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Посчитайте число ямок травления на 6–10 участках пластины и усредните полученные результаты. Плотность дислокаций рассчитайте по формуле:

$$N_d = \frac{n_{cp}}{S}, \quad (3.2)$$

где  $n_{cp}$  – среднее арифметическое из количества дислокаций на 6–10 участках;

$S$  – площадь поля зрения в окуляре микроскопа (в  $\text{см}^2$ ).

Площадь поля зрения зависит от увеличения микроскопа и рассчитывается по объект-микрометру. Зная цену деления объект-микрометра, определите диаметр поля зрения и рассчитайте его площадь.

8. Используя значения плотности дислокаций, приведенные в п.1.4, сделайте вывод о качестве исследуемых образцов.

Таблица 3 – Варианты индивидуальных заданий

Внимание! Для всех вариантов длина волны рентгеновского излучения

$$\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$$

Вариант № 1		Вариант № 2		Вариант № 3	
2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %
38,21	100	25,09	100	42,18	100
44,42	40	35,77	36	61,17	49
64,63	30	44,19	22	77,10	31
77,63	30	51,49	30	92,04	14
81,79	7	58,11	7	107,13	7
98,22	2	64,28	10	123,61	3
110,93	4	70,14	6	144,33	2
115,38	4	75,80	2		
135,60	1	81,31	1		
158,24	1	86,75	4		
		92,15	4		
		97,58	1		
		103,08	1		
Вариант № 4		Вариант № 5		Вариант № 6	
2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %
40,36	100	44,81	100	38,30	100
58,41	40	65,24	39	44,52	53
73,39	28	82,64	30	64,79	33
87,26	20	99,35	20	77,83	40
100,97	7	116,94	7	82,01	9
115,36	2	138,04	3	98,51	3
131,79	1			111,30	9
154,74	2			115,79	7
				136,22	4
				159,60	2
Вариант № 7		Вариант № 8		Вариант № 9	
2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %	2 $\theta$ , град	I/I <sub>1</sub> , %
23,97	100	36,30	100	43,41	100
34,16	40	52,27	40	50,57	53
42,16	20	65,30	30	74,31	33
49,08	30	77,07	30	90,18	40
55,33	7	88,29	7	95,42	9



Продолжение таблицы 3

Вариант № 7 прод.		Вариант № 8 прод.		Вариант № 9 прод.	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
61,15	2	99,46	2	117,34	3
66,65	10	111,00	4	137,12	9
71,94	4	123,53	4	145,49	7
77,07	1	138,28	1		
82,09	3	160,13	1		
87,06	3				
92,00	2				
96,96	1				
<b>Вариант № 10</b>					
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	<b>Вариант № 11</b>		<b>Вариант № 12</b>	
		29,80	100	44,53	100
40,63	100	42,65	53	51,89	50
58,81	48	52,89	33	76,45	40
73,94	31	61,89	40	93,03	60
87,96	35	70,19	9	98,54	10
101,86	9	78,07	3	122,09	2
116,52	3	85,73	9	144,93	4
133,44	5	93,31	7	156,08	1
158,24	1	100,95	4		
		108,80	2		
		117,03	1		
		125,92	2		
		135,97	1		
<b>Вариант № 13</b>					
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	<b>Вариант № 14</b>		<b>Вариант № 15</b>	
		2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
39,80	100	31,36	100	38,21	100
46,28	30	36,37	40	44,41	40
67,53	16	52,38	30	64,61	30
81,34	16	62,34	30	77,61	30
85,80	3	65,45	7	81,77	7
103,63	1	77,25	2	98,19	2
117,86	3	85,72	4	110,89	4
123,00	2	88,51	4	115,34	4
148,59	1	99,72	1	135,53	1
		108,36	1	158,09	1

Продолжение таблицы 3

Вариант № 16		Вариант № 17		Вариант № 18	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
20,76	100	43,97	100	28,47	100
29,53	53	75,36	50	47,35	30
36,37	33	91,58	40	56,18	16
42,25	40	119,64	10	69,20	16
47,52	9	140,79	4	76,46	3
52,39	3			88,13	1
56,95	9			95,07	2
61,28	7				
65,45	4				
69,48	2				
73,40	1				
77,25	2				
Вариант № 19		Вариант № 20		Вариант № 21	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
27,30	100	28,37	100	26,30	100
45,33	48	32,87	53	30,46	50
53,73	31	47,17	33	43,61	40
66,05	35	55,97	40	51,64	60
72,87	9	58,69	9	54,12	10
83,74	3	68,93	3	63,38	2
90,14	3	76,15	9	69,84	20
		78,50	7	71,93	16
		87,75	4	80,09	3
		94,63	2	86,06	2
Вариант № 22		Вариант № 23		Вариант № 24	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
28,58	100	27,24	100	25,33	100
33,12	40	31,56	28	29,33	40
47,54	30	45,23	40	41,96	30
56,41	30	53,61	33	49,65	30
59,16	7	56,20	10	52,02	7
69,50	2	65,89	2	60,84	2
76,80	4	72,69	7	66,98	4
79,17	4	74,89	12	68,96	4

Продолжение таблицы 3

Вариант № 25		Вариант № 26		Вариант № 27	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
25,46	100	25,30	100	26,30	100
29,49	53	29,30	30	30,46	50
42,19	33	41,92	16	43,62	40
49,92	40	49,60	16	51,65	30
52,31	9	51,96	3	54,13	10
61,19	3	60,77	1	63,39	2
67,37	9	66,90	3	69,86	10
69,37	7	68,88	2	71,95	16
77,13	4	76,56	1	80,11	4
82,78	2	82,16	2	86,09	2
Вариант № 28		Вариант № 29		Вариант № 30	
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %	2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %
43,34	100	23,79	100	35,67	100
50,48	53	27,53	30	41,42	28
74,18	33	39,33	16	60,02	40
90,00	40	46,48	16	71,81	33
95,22	9	48,68	3	75,55	10
117,04	3	56,84	1	90,03	2
136,67	4	62,48	3	100,85	7
144,91	1	64,30	2	104,52	12
		71,31	2	120,06	2
		76,38	4	133,51	2
Вариант № 31					
2θ, град	I/I <sub>1</sub> , %				
23,78	100				
27,53	40				
39,33	30				
46,48	30				
48,67	7				
56,83	2				
62,47	4				
64,28	4				
71,30	1				
76,36	1				

Таблица 4 – Характеристики кристаллов с кубической структурой

№ п/п	Наименование кристалла	Символ	Молярная масса, кг/моль	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Параметр ячейки, Å
1	Литий	Li	6,941	530	3,50
2	Углерод	C	12,011	3515	3,567
3	Натрий	Na	22,990	970	4,24
4	Нитрид бора	BN	24,817	3487	3,616
5	Алюминий	Al	26,982	2700	4,049
6	Кремний	Si	28,086	2400	5,43
7	Калий	K	39,098	860	5,25
8	Карбид кремния	SiC	40,097	3210	4,360
9	Ванадий	V	50,941	5870	3,03
10	Железо	Fe	55,847	7800	2,86
11	Никель	Ni	58,70	8900	3,524
12	Медь	Cu	63,546	8900	3,61
13	Германий	Ge	72,59	5323	5,658
14	Молибден	Mo	95,940	10200	3,14
15	Сульфид цинка	ZnS	97,44	4090	5,41
16	Фосфид галлия	GaP	100,694	4140	5,449
17	Серебро	Ag	107,868	10500	4,08
18	Цезий	Cs	132,905	1870	6,05
19	Барий	Ba	137,34	3750	5,02
20	Селенид цинка	ZnSe	144,34	5260	5,67
21	Арсенид галлия	GaAs	144,642	5320	5,87
22	Фосфид индия	InP	145,794	4810	5,869
23	Вольфрам	W	183,85	19100	3,16
24	Арсенид индия	InAs	189,742	5680	6,058
25	Антимонид галлия	GaSb	191,47	5610	6,096
26	Теллурид цинка	ZnTe	192,98	5700	6,09
27	Платина	Pt	195,09	21500	3,923
28	Золото	Au	196,967	19300	4,079
29	Свинец	Pb	207,2	11300	4,94
30	Антимонид индия	InSb	236,57	5770	6,479
31	Теллурид кадмия	CdTe	240,0	5860	6,48

#### IV. ИНДИВИДУАЛЬНОЕ ТВОРЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ

Используя данные рентгеновского анализа, проведенного для тройных соединений  $\text{CuIn}_3\text{Se}_5$ ,  $\text{CuGa}_3\text{Se}_5$  и  $\text{CuGa}_5\text{Se}_8$  из таблицы 5, рассчитайте параметры кристаллической решетки, учитывая, что структура кристаллов относится к тетрагональной сингонии.

**Таблица 5** – Результаты рентгеновского анализа кристаллов  $\text{CuIn}_3\text{Se}_5$ ,  $\text{CuGa}_3\text{Se}_5$  и  $\text{CuGa}_5\text{Se}_8$

$\text{CuIn}_3\text{Se}_5$			$\text{CuGa}_3\text{Se}_5$			$\text{CuGa}_5\text{Se}_8$		
2 $\theta$ , град	I/I <sub>0</sub> , %	hkl	2 $\theta$ , град	I/I <sub>0</sub> , %	hkl	2 $\theta$ , град	I/I <sub>0</sub> , %	hkl
15,34	2,2	100	18,01	2,2	101	18,01	2,2	101
17,18	4,8	101	22,87	2,0	110	22,87	2,0	110
21,79	3,7	110	28,14	100	112	28,14	100	112
26,80	100	112	29,36	2,8	103	29,36	2,8	103
27,88	5,2	103	32,60	3,4	202	32,60	3,4	202
34,80	4,6	202	37,43	2,9	211	37,43	2,9	211
35,66	6,1	211	40,21	2,1	212	40,21	2,1	212
38,23	3,3	212	44,34	2,6	213	44,34	2,6	213
42,15	4,3	213	46,77	59,8	220	46,77	59,8	220
44,43	57,3	220	46,77	59,8	204	46,77	59,8	204
44,43	57,3	204	55,45	26,1	312	55,45	26,1	312
47,27	2,5	222	68,24	8,0	400	68,24	8,0	400
52,63	31,0	312	68,25	4,3	008	68,25	4,3	008
62,91	2,8	305	75,39	8,3	332	75,39	8,3	332
64,64	9,0	400	86,83	8,3	424	86,83	8,3	424
64,77	9,0	008	86,83	8,3	228	86,83	8,3	228
71,23	12,0	332	93,55	5,6	512	93,55	5,6	512
71,34	12,0	316	93,55	5,6	336	93,55	5,6	336
71,74	3,3	413	104,99	4,0	440	104,99	4,0	440
81,75	12,0	424	104,99	4,0	408	104,99	4,0	408

## V. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Опишите различия в строении аморфных и кристаллических веществ.
2. Перечислите различные элементы симметрии и дайте им определение.
3. Что называется элементарной ячейкой кристалла, и какие правила определяют ее выбор? В чем отличие элементарной ячейки от пространственной решетки?
4. Что такое сингония и чем она определяется?
5. Что называется решеткой Браве?
6. Дайте классификацию дефектов в кристалле. Какие виды точечных дефектов относятся к структурным?
7. На чем основан метод выявления дислокаций путем химического травления?
8. Объясните обозначения индексов Миллера  $[[hkl]]$ ,  $[hkl]$ ,  $(hkl)$ ,  $\{hkl\}$ ,  $\langle hkl \rangle$ ?
9. Почему для исследования структуры кристалла используют рентгеновское излучение? Что описывает формула Вульфа-Брэгга?
10. Как выглядит рентгенограмма кристалла? Чем определяется количество дифракционных максимумов на рентгенограмме?
11. Опишите методику индцирования рентгенограмм кубических кристаллов?
12. Чем характеризуется эффективное отражение в реальных кристаллах?
13. Приведите в нужной последовательности все необходимые соотношения для определения параметра кристаллической решетки, если даны длина волны рентгеновского излучения и угловое положение дифракционных максимумов?
14. Каким образом, зная постоянную решетки вещества, его атомную (молярную) массу и плотность, определить тип элементарной ячейки?
15. Опишите методику определения плотности дислокаций на поверхности образца.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Епифанов Г.И. Физика твердого тела / Г.И. Епифанов – 2-е изд. доп. и перераб. – М.: Высшая школа, 1977. – 288 с.
2. Иверонова, В.И. Теория рассеяния рентгеновских лучей: учебное пособие / В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич. – 2-е изд. доп. и перераб.– М.: Изд-во МГУ, 1978. – 277 с.
3. Джеймс, Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей / Р. Джеймс. пер. с англ. Г.А. Гольдера, М.П. Шаскольской, под ред. В.И. Ивероновой – М.: Изд-во иностранной литературы, 1950. – 572 с.
4. Миркин, Л.И. Рентгеноструктурный анализ: индцирование рентгенограмм. Справочное руководство / Л.И. Миркин. – 2-е изд. – М.: Наука, 1981. – 496 с.
3. Мильбурн, Г. Рентгеновская кристаллография / Г. Мильбурн. пер. с англ. Ю.Н. Чиргадзе, под. ред. Н.С. Андреевой – М.: Мир, 1975. –256 с.

**Учебное издание**

**Составители: Кушнер Татьяна Леонидовна  
Якусик Ирина Семёновна**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**  
к выполнению лабораторной работы Ф1  
**«СТРОЕНИЕ ТВЕРДЫХ ТЕЛ И  
ДЕФЕКТЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ»**

по дисциплине **«ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ»**  
для студентов специальности  
**1-36 04 02 «Промышленная электроника»**  
дневной формы обучения

Ответственный за выпуск: **Кушнер Т.Л.**  
Редактор: **Строкач Т.В.**  
Компьютерная вёрстка: **Кармаш Е.Л.**  
Корректор: **Никитчик Е.В.**

---

Подписано к печати 26.03.2007 г. Формат 60x84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Бумага писчая.  
Усл. п. л. 1,86 . Уч. изд. л. 2. Заказ N 477. Тираж 100 экз. Отпечатано  
на ризографе Учреждения образования «Брестский государственный  
технический университет». 224017, г. Брест, ул. Московская, 267.