

Лекции по курсу

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

Д.ф.-м.н., проф. Э.В.Суворов

ЛЕКЦИЯ 5

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

ВВЕДЕНИЕ

Изучение рассеяния излучений различного рода (рентгеновских лучей, электронов, нейтронов и пр.) является одним из наиболее информативных методов исследования дефектов кристаллической структуры.

Еще в тридцатые годы целым рядом исследователей было замечено, что пластическая деформация кристаллов вызывает увеличение ширины рентгеновских дифракционных линий [1-4], причем последующие процессы отжига приводят к их уменьшению. Было установлено, что существует качественная связь между механическими, физическими, химическими характеристиками вещества и шириной дифракционных линий. Последующее развитие теории дифракции подтвердило эти наблюдения.

Работы, направленные на построение динамической теории рассеяния для искаженных кристаллов, продолжаются уже более тридцати лет. Одной из первых попыток в этом направлении следует считать работу С.Такаги [5], в которой для случая динамического рассеяния учтены смещения атомов, обусловленные тепловыми колебаниями. Эти исследования получили дальнейшее развитие в работах Ю.М.Кагана и А.М.Афанасьева [6,7]. В работах П.Дедерикса [8-10] динамическая теория была обобщена на случай кристаллов, содержащих статистически распределенные точечные дефекты. Большое значение для понимания механизмов рассеяния в реальных кристаллах имели работы по изучению дифракции в упруго изогнутых кристаллах [11].

Однако наиболее полно основные физические принципы рассеяния рентгеновских лучей и других излучений в рамках кинематической теории на кристаллах с дефектами были сформулированы в работах М.А.Кривоглаза и его школы и позднее положены в основу динамической теории рассеяния излучений реальными кристаллами [12-14].

Согласно этим представлениям все дефекты кристаллической решетки можно разделить на два класса в зависимости от их влияния на структуру окружающей матрицы. К дефектам первого типа относятся дефекты, упругое поле вокруг которых убывает по закону $1/r^2$, или быстрее, а ко второму - медленнее, чем $1/r^{3/2}$.

Второе положение заключается в едином подходе к учету влияния дефектов на параметры рассеяния, как для тепловых колебаний решетки, так и для статистически распределенных дефектов в кристалле путем введения статического фактора Дебая - Валлера e^{-L} . Как показывают соответствующие оценки, для дефектов, принадлежащих к первой группе $L \ll 1$, и наоборот $L \gg 1$ - для дефектов второй группы. Эти результаты обобщены на случай динамического рассеяния в работе [15].

В результате многочисленных исследований было установлено, что разнообразные дефекты кристаллической решетки приводят с одной стороны к уменьшению интенсивности брегговских рефлексов, описываемому фактором e^{-L} , и изменению их ширины, а с другой - к появлению диффузного фона в пространстве обратной решетки.

Таким образом измерения интегральных интенсивностей брегговских рефлексов, измерения диффузного фона и интерференционных коэффициентов поглощения при определенных условиях могут давать богатую информацию о дефектах кристаллической решетки, их количестве, типе и распределении в кристалле. Совокупность этих дифракционных методов получила название *метода интегральных характеристик*, или просто *интегральных методов* исследования дефектов в кристаллах.

НЕКОТОРЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ДЛЯ КРИСТАЛЛОВ СО СЛУЧАЙНО РАСПРЕДЕЛЕННЫМИ ДЕФЕКТАМИ

Выражения, описывающие динамические коэффициенты отражения $R(\theta)$ и прохождения $T(\theta)$ рентгеновской волны, достаточно громоздки даже для простейших случаев (см., например, формулы 1.88). Поэтому ниже мы ограничимся лишь качественным рассмотрением.

В работах [12-19] было установлено, что дефекты в кристаллической решетке приводят к следующим изменениям в формулах для динамического рассеяния рентгеновского излучения: во-первых, могут изменяться величины параметров решетки, во-вторых, коэффициенты Фурье поляризуемости должны быть заменены на величину $\chi_H \cdot e^{-L}$, где L статический фактор Дебая-Валлера, описывающий отклонения кристаллической решетки от идеальной, и наконец коэффициенты поглощения μ_0 и μ_H заменяются соответственно на $\mu_0 \rightarrow \mu_0 + \mu_{ds}(\theta)$ и $\mu_H \rightarrow \mu_H \cdot e^{-L}$ и, следовательно, эффективный интерференционный коэффициент поглощения будет равен

$$\mu_e(\theta) = \mu_0(\theta) - \mu_H = \mu_0 + \mu_{ds}(\theta) - \mu_H \cdot e^{-L} \quad (2.1)$$

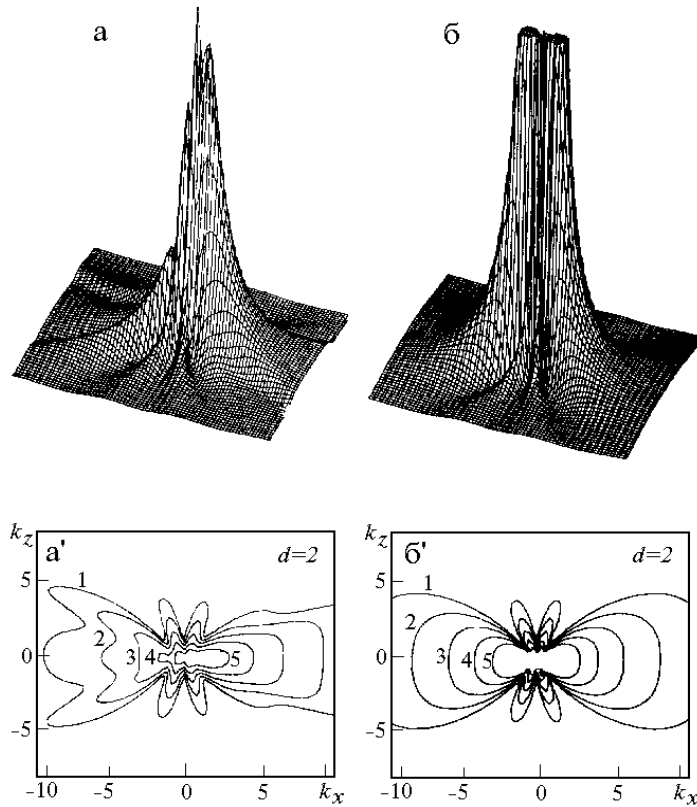
Слагаемое μ_{ds} связано с перекачкой когерентного излучения в диффузный фон, т.е. с дополнительным ослаблением брегговских рефлексов.

ДИФFUЗНОЕ РАССЕЯНИЕ НА КРИСТАЛЛАХ С ДЕФЕКТАМИ

Диффузное рассеяние в рамках кинематической, а затем и динамической задач впервые было рассмотрено С.Такаги [5]. Им были получены выражения для интенсивности диффузного рассеяния электронов на тепловых колебаниях решетки в приближении однофононного рассеяния. В расчетах учитывалось когерентное взаимодействие проходящей и дифрагированных волн. Наиболее полное рассмотрение

теплового диффузного рассеяния рентгеновских лучей с учетом поглощения выполнено в работах [6,7].

Тепловые колебания решетки представляют собой один из простейших типов нарушений идеальной решетки. Дальнейшие исследования даже в кинематическом приближении [12,13] показали, что, для каждого конкретного случая дефектов, сопоставление экспериментальных и расчетных распределений интенсивности диффузного рассеяния позволяет определять тип, а иногда и характер распределения дефектов по объему кристалла.



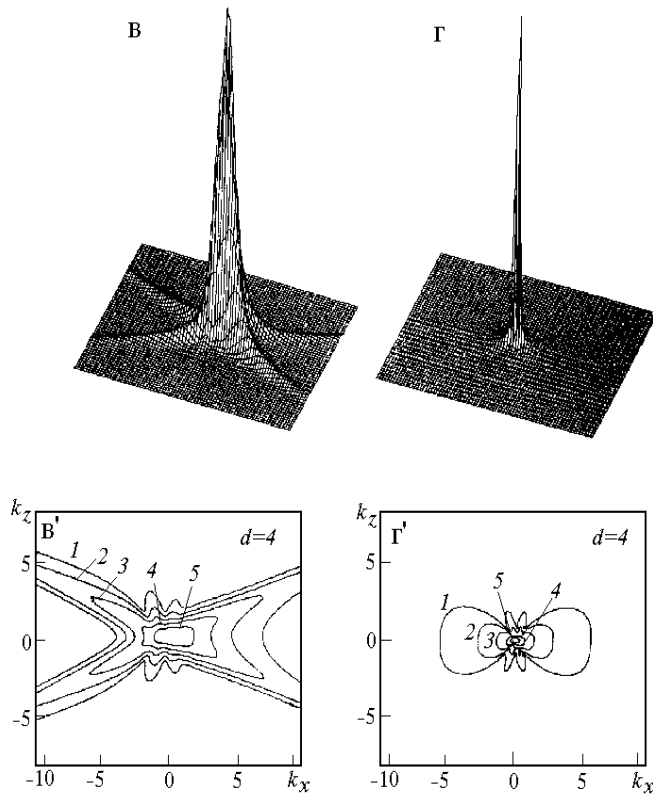


Рис.2.1. Распределение интенсивности диффузного рассеяния рентгеновских лучей в окрестности узла обратной решетки в плоскости рассеяния при симметричной Лауэ-дифракции в монокристалле Ge, содержащем сферические кластеры малого радиуса ($R_{def} \ll \lambda$), (отражение (220), излучение CuK_{α} (k_x, k_y) измеряются в единицах $2\pi/\lambda$). а, б - для толщины $\mu=1.3$; в, г - для толщины $\mu=6.7$; а, в - распределение, рассчитанное по динамической теории; б, г, - кинематическое приближение.

Более полную информацию о типе дефектов можно получить при изучении диффузного рассеяния в пространстве обратной решетки в рамках динамического приближения [14-16]. Для этого

необходимо иметь или соответствующие программы расчета изодиффузных линий различного рода дефектов на ЭВМ, или заранее подготовленный атлас рассчитанных распределений интенсивности диффузного рассеяния для возможно большего числа различных типичных дефектов. Как показали исследования последних лет, каждому типу дефектов присущи характерные узоры изодиффузных поверхностей вблизи различных узлов обратной решетки. Сопоставление экспериментально найденных распределений диффузного рассеяния с вычисленными позволяет сравнительно надежно определять тип и параметры дефектов кристаллической решетки. Как уже отмечалось выше, этот метод первоначально был развит в рамках кинематического приближения в работах А.М.Кривоглаза [12,13], однако позже появились работы [14-19], в которых были получены аналитические выражения для распределения интенсивности диффузного рассеяния в динамическом случае для различного типа дефектов. На рис.2.1 в качестве примера приведены узоры изодиффузных линий, рассчитанные как в рамках динамической задачи так и в кинематическом случае для кристаллов, содержащих дефекты типа кластеров, размеры которых существенно меньше экстинкционной длины [17]. Следует подчеркнуть, что экспериментальные измерения диффузного рассеяния весьма трудоемкая задача, однако в целом ряде случаев это практически единственный способ надежного определения типа дефектов, равномерно распределенных в кристалле.

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В КРИСТАЛЛАХ С ДЕФЕКТАМИ

Наряду с методами изучения диффузного рассеяния, для оценки структурного совершенства кристаллов весьма перспективным является метод, основанный на измерении толщинных зависимостей интегральных интенсивностей в условиях

аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ). Этот метод был разработан А.М.Елистратовым и О.Н.Ефимовым [20-27] и является весьма чувствительным к слабым искажениям структуры кристалла. Экспериментально было установлено, что в широких пределах степени совершенства кристаллов логарифм интегральной интенсивности является линейной функцией толщины кристалла $\ln(R_i) = f(t) = -\mu_i t + y_i$. Последующие исследования показали, что величина μ_i представляет собой интерференционный коэффициент поглощения и определяется мнимой частью структурной амплитуды, а величина y_i связана с действительной частью структурной амплитуды. Именно эти два параметра и получили в литературе название интегральных характеристик. В конечном счете с их помощью определяются усредненные по облучаемому объему кристалла параметры (μ_{ds} - часть интерференционного коэффициента поглощения, возникающая за счет диффузного рассеяния, и средний статический фактор Дебая-Валлера $\exp(-L)$), описывающие степень отклонения реальной структуры от идеальной.

Для идеального толстого кристалла в симметричном случае Лауэ можно получить выражение для интегральной интенсивности в общем виде [26]

$$\ln R_i + 0.5 \ln \frac{t}{\cos \theta_B} = -\mu_i t + y_i$$

$$\mu_i = \frac{\mu_0}{\cos \theta_B} \left(1 - C \left| \frac{\chi_{iH}}{\chi_{i0}} \right| e^{-M} \right) \quad (2.2)$$

$$y_i = \ln \left[\pi \frac{\sqrt{C} \left| \chi_{iH} \right| e^{-M}}{2 \sin \theta_B} \left| \chi_{rH} \right| e^{-M} \right]$$

В работах [20-25] было экспериментально установлено, что полученные соотношения (2.2) сохраняют свой вид и для случая кристаллов, содержащих дефекты. На рис.2.2. показаны экспериментальные толщинные зависимости логарифма интегральной интенсивности АПРЛ для кристаллов *Ge* [20].

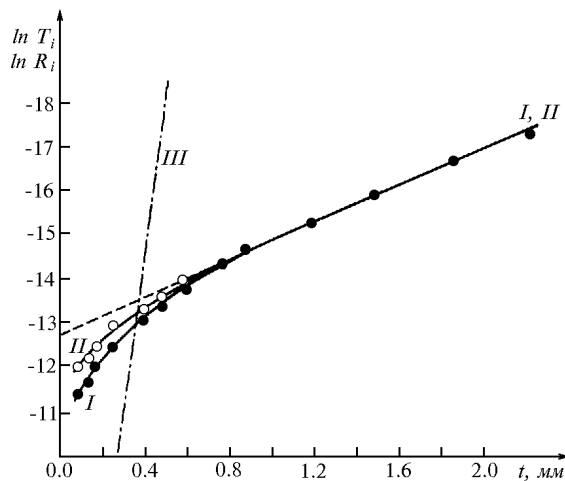


Рис.2.2. Зависимость логарифма интегральных коэффициентов прохождения (кривая I) и отражения (кривая II) в зависимости от толщины монокристалла германия с плотностью дислокаций $1 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$. Кривая III соответствует нормальному фотоэлектрическому поглощению.

Однако, как уже отмечалось выше, в этом случае необходимо иметь в виду, что интерференционный коэффициент

поглощения состоит из двух частей - фотоэлектрического поглощения и компоненты, связанной с диффузным рассеянием $\mu_i = \mu_{ph} + \mu_{ds}$. Фотоэлектрическая часть поглощения связана согласно [9-11] со статическим фактором Дебая-Валлера следующим соотношением

$$\mu_{ph} = \frac{\mu_0}{\cos \theta} \cdot \left(1 - \left| \frac{\chi_{iH}}{\chi_{i0}} \right| e^{-M} \cdot e^{-L} \right) \quad (2.3)$$

Для структурных дефектов типа кластеров или малых дислокационных петель величина L была найдена и имеет простой вид [9-11]. Для кластеров:

$$L_{cl} = \frac{H^2 c}{6} \cdot \left(\frac{4\pi A^2}{V_c} \right) \cdot \frac{n_{cl}}{R_{cl}}, \quad (2.4)$$

где $H=2\pi/d$, d - межплоскостное расстояние, c - количество дефектов в решетке, деленное на количество узлов решетки, A - величина, определяемая изменением объема кристалла из-за наличия точечного дефекта $\Delta V=4\pi A(1-\nu)/(1+\nu)$, ν - коэффициент Пуассона, n_{cl} - число точечных дефектов в кластере, V_{cl} - объем, приходящийся на один атом.

Для дислокационных петель статический фактор Дебая-Валлера определяется формулой

$$L_L = \frac{C_L R_0^3 (Hb)^{3/2}}{2V_c}, \quad (2.5)$$

где $C_L=c/n_L$, $n_L=\pi b R_0^2 (Hb)^{3/2} V_c$, R_0 - радиус петли, b - модуль вектора Бюргерса.

Поглощение, связанное с диффузным рассеянием, описывается выражением для кластеров:

$$\mu_{ds}^{cl} = J(\lambda, H) \cdot n_{cl} c \cdot \ln\left(\frac{\Lambda}{R_{cl}}\right) \cdot \left(\frac{4\pi A \cos \theta}{V_c}\right)^2, \quad (2.6)$$

для петель:

$$\mu_{ds}^L = J(\lambda, H) \cdot n_L c \cdot \ln\left(\frac{\Lambda}{R_0}\right) \cdot \left[\frac{8}{15} + \frac{1}{15} \left(\frac{3\nu^2 + 6\nu - 1}{(1-\nu)^2} \right) \cos^2 \theta \right], \quad (2.7)$$

здесь $J(\lambda, H) = \frac{\pi}{V_c} \cdot \left[\frac{H}{k} \cdot \frac{e^2}{mc^2} \cdot c F_{rh} e^{-(M+L)} \right]^2$, Λ - экстинкционная длина, k - волновое число,

F_{rh} - действительная часть структурного множителя.

На рис.2.3 показан вклад в интерференционный коэффициент поглощения за счет фотоэлектрического и диффузного механизмов рассеяния в зависимости от размеров кластеров [9].

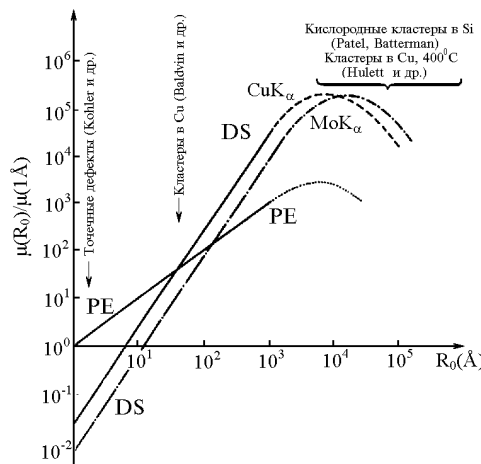


Рис.2.3. Компоненты интерференционного поглощения рентгеновских лучей, образующиеся за счет фотоэлектрического (PE) и диффузного (DS) механизмов рассеяния, в зависимости от размеров дефектов для двух длин волн ($CuK\alpha$, $MoK\alpha$).

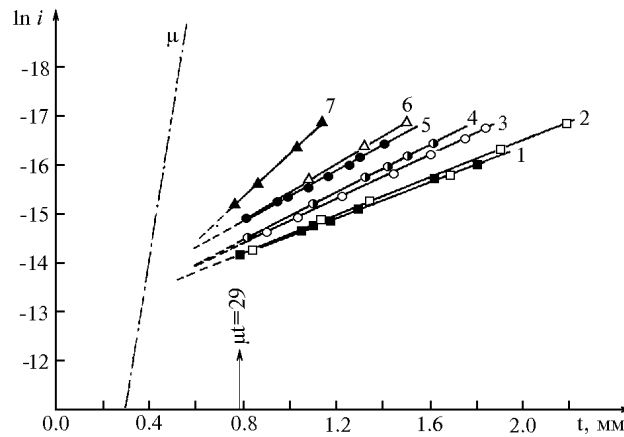


Рис.2.4. Зависимости логарифма интегральной интенсивности АПРЛ от толщины (в области приближения толстого кристалла) для различных плотностей дислокаций. μ - нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения, равный для монокристаллов германия $369,6 \text{ см}^{-1}$. Кривые соответствуют: 1- $n_d=3 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$, 2- $7 \cdot 10^2$, 3- $5,7 \cdot 10^3$, 4- $9,5 \cdot 10^3$, 5- $1,2 \cdot 10^4$, 6- $2,2 \cdot 10^4$, 7- $1,5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$.

На следующем рисунке (рис.2.4.) показаны толщинные зависимости интегральной интенсивности для нескольких значений плотности дислокаций, полученные О.Н.Ефимовым и А.М.Елистратовым [21].

Таким образом становится понятно, что для однозначного определения типа дефектов и их плотности по дифракционным характеристикам рассеянного излучения необходимо разделить вклады в интерференционный коэффициент поглощения, вносимые за счет фотоэлектрического поглощения и за счет диффузного рассеяния.

Наиболее простой способ был предложен Дедериксом [8-10] Этот метод основан на том, что величина μ_{ds} как для кластеров, так и для петель, пропорциональна квадрату длины волны (2.5-2.6), в то время как статический фактор Дебая-Валлера, определяющий компоненту фотоэлектрического поглощения, от длины волны вообще не зависит (2.3-2.4). Поэтому, используя результаты измерения интерференционного коэффициента поглощения по экспериментально найденным толщинным зависимостям АПРЛ для двух длин волн, можно решить систему трех уравнений с тремя неизвестными. Основным недостатком этого метода является то, что указанные формулы являются приближенными и верны лишь в определенных интервалах размеров и концентраций дефектов. Следует также подчеркнуть, что случай, когда в кристалле одновременно имеются дефекты разных типов, вообще не изучен ни теоретически, ни экспериментально.

В тех случаях, когда параметры дефектов или их концентрация в кристалле не соответствуют области применимости формул Дедерикса, наиболее эффективно применение метода измерения интенсивностей вблизи К-края поглощения атомами кристалла. Если измерения проводить вблизи К-края, но по обе стороны от него, величина μ_{ds} будет практически одинакова. В тоже время изменения μ_{ph} для указанных длин волн существенно различны благодаря скачка, который испытывает мнимая часть функции атомного рассеяния при переходе через край поглощения [28-31]. Как показали специальные исследования, методика измерения интенсивностей АПРЛ вблизи К-края поглощения основывается на меньшем числе допущений, чем метод, основанный на использовании характеристического излучения для двух длин волн. Авторами работ [28-31] показано, что логарифм отношения интенсивностей I_1 и I_2 , измеренных соответственно в коротковолновой и длинноволновой областях спектра вблизи К-края поглощения, является линейной функцией толщины кристалла

$$\ln\left(\frac{I_2}{I_1}\right) = \ln S = At + B \quad (2.8)$$

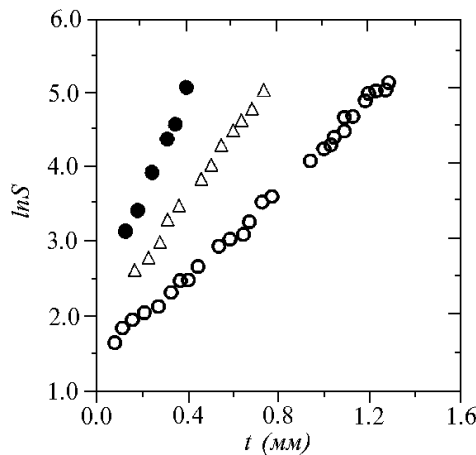
где $A = \mu_{ie1} - \mu_{ie2}$, $B = \frac{1}{2} \ln\left(\frac{\varepsilon_{01}\mu_{01}\lambda_1}{\varepsilon_{02}\mu_{02}\lambda_2}\right)$, $\varepsilon_{01} = \left|\frac{\chi_{ih1}}{\chi_{i01}}\right|$, $\varepsilon_{02} = \left|\frac{\chi_{ih2}}{\chi_{i02}}\right|$. Тогда прирост

интерференционного коэффициента поглощения, связанного с наличием дефектов, будет определяться соотношением

$$\Delta\mu_{ie} = \mu_{die} - \mu_{0ie} = -\frac{\mu_0\varepsilon_0}{\cos\theta} \cdot e^{-M} \cdot (e^{-L} - 1) + \mu_{ds} \quad (2.9)$$

Поскольку $\mu_{ds1} \approx \mu_{ds2}$, измерения интенсивностей АПРЛ вблизи K -края поглощения позволяют определять величину статического фактора Дебая-Валлера и, следовательно, судить о природе дефектов, оказывающих преобладающее влияние на АПРЛ. На рис.2.5 показаны типичные зависимости скачков интенсивности вблизи края поглощения в кристаллах германия с различной плотностью дислокаций [16]. Из приведенного рисунка видно, что дислокации влияют на параметры A и B в формуле (2.6). С ростом плотности дислокаций монотонно возрастает наклон кривых и, следовательно, растет интерференционный коэффициент поглощения.

Рис.2.5. Влияние дислокаций на толщинные зависимости скачков интенсивности вблизи края



поглощения в кристаллах германия при различных плотностях дислокаций. 1- $n_d=2.6 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$; 2- $n_d=2.5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$; 3- $n_d=0 \text{ см}^{-2}$.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНОГО СОВЕРШЕНСТВА КРИСТАЛЛОВ

Экспериментальные исследования параметров дифракционной картины, в особенности значений интенсивностей дифракционных максимумов, измерения профилей дифракционных пиков (кривых качания), определение распределения интенсивности диффузного фона в абсолютных электронных единицах представляются сложной задачей. Это связано, во-первых, с тем, что падающая волна (исходный рентгеновский пучок) не является плоской волной и имеет конечную расходимость $\Delta\alpha$ и спектральную ширину $\Delta\lambda$, во-вторых, любой измерительный прибор будет вносить aberrации, связанные с конструктивными особенностями данного конкретного прибора. В самом деле, если истинное распределение интенсивности в дифракционном пике какого-либо кристалла описывается функцией $R(\theta)$, то измеренное на дифрактометре распределение интенсивности будет иметь вид

$$R_e(\theta) = R(\theta) * A_\alpha(\alpha, \theta) * A_\lambda(\lambda, \theta) * A_a(\theta), \quad (2.10)$$

где $A_\alpha(\alpha, \theta)$ - абберационная функция, обусловленная расходимостью первичного пучка, $A_\lambda(\lambda, \theta)$ - спектральная функция, $A_a(\theta)$ - функция, учитывающая aberrации дифрактометра. Легко видеть, что интеграл от этого выражения - измеренная интегральная отражательная способность (интеграл от свертки функций равен произведению интегралов этих функций) - будет пропорционален интегральной отражательной способности кристалла, или просто интегральной интенсивности, т.е.

$$\begin{aligned} R_i^e &= \int R^e(\theta) d\theta = \int R(\theta) d\theta \cdot \int A_\alpha(\alpha, \theta) d\theta \cdot \int A_\lambda(\lambda, \theta) d\theta \cdot \int A_a(\theta) d\theta = \\ &= A(\alpha, \lambda) \cdot \int R(\theta) d\theta = A(\alpha, \lambda) \cdot R_i \end{aligned} \quad (2.11)$$

Поэтому ясно, что наиболее достоверной информацией, получаемой из эксперимента, является лишь интегральная интенсивность. Однако даже в этом случае необходимо знать множитель $A(\alpha, \lambda)$, определяемый параметрами падающей волны и самого дифрактометра. Истинная кривая отражения $R(\theta)$ экспериментально может быть получена только в том случае, когда падающая волна, возбуждающая волновое поле в кристалле, является плоской монохроматической волной.

Для улучшения параметров падающего первичного рентгеновского пучка его первоначально подвергают дифракции на очень совершенных кристаллах используя специальную геометрию, что позволяет преобразовать исходную волну и получить необходимую расходимость и спектральный состав [32-37]. Такой способ получил название метода двухкристального (в более общем случае многокристального) спектрометра.

Простейшая схема двухкристального спектрометра основана на комбинации двух кристаллов, находящихся в симметричном Брегговском положении. Схема такого спектрометра показана на рис.2.6. Первый кристалл A настраивается в точное брегговское отражение и является неподвижным кристаллом-монохроматором. Второй кристалл B может поворачиваться вокруг оси, перпендикулярной плоскости рисунка в некотором интервале углов, что позволяет регистрировать кривую отражения этого кристалла.

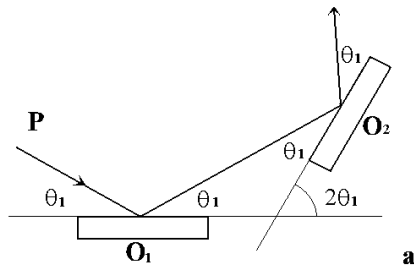
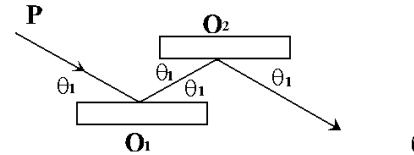


Рис.2.6. Принципиальная схема двухкристального спектрометра. а)-антипараллельное расположение (1,1); б)-параллельное расположение кристаллов (1,-1).



б) Предположим, что отражающие плоскости кристаллов совпадают с поверхностями кристаллов

(на рисунке они заштрихованы). Пусть на кристалл A , находящийся в брегговском положении, падает пучок рентгеновских лучей PO_1 под углом θ_1 , при этом отраженный луч O_1O_2 попадает на кристалл B . Если отражающая поверхность кристалла B параллельна соответствующей плоскости кристалла A , то кристалл B также будет находиться в отражающем положении. Из рисунка ясно, что возможно два различных положения кристалла B (рис.2.5.а,б). Легко видеть, что эти положения отличаются величиной угла между нормальными к отражающим плоскостям кристаллов. Если в первом случае угол между нормальными равен $2\theta_1$, то во втором - он составляет 180° . Обычно они обозначаются $(1,1)$ в первом случае и $(1,-1)$ - во втором. Если кристаллы имеют разные порядки отражений, используется более общее обозначение (m,n) и $(m,-n)$ соответственно. Эти два положения кристаллов имеют существенно различные свойства. Поэтому рассмотрим принцип работы этой схемы несколько более подробно.

Рассмотрим параллельную схему $(1,-1)$ расположения кристаллов. Отклоним кристалл B от этого положения на угол β , как показано на рис.2.7. Будем считать такое направление отклонения (против часовой стрелки) положительным. Тогда отраженный от первого кристалла пучок O_1O_2 будет падать на кристалл B под углом $\theta_1 - \beta$. Для анализа работы схемы представляет интерес посмотреть, как будет меняться интенсивность, отраженная вторым кристаллом, в зависимости от угла поворота β . При этом необходимо иметь в виду, что первоначальный пучок имеет конечную расходимость и конечную спектральную ширину. Для упрощения разделим влияние этих двух факторов.

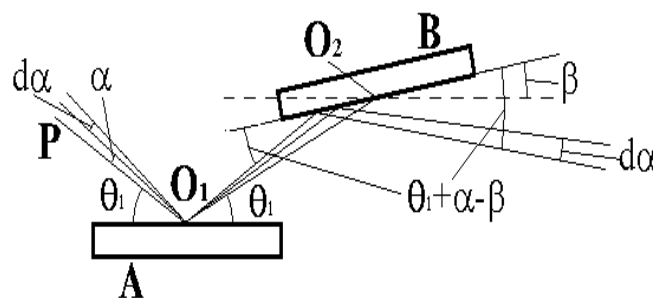


Рис.2.7.Схема отклонения лучей в двухкристальном (1,-1) спектрометре.

Первоначально рассмотрим монохроматический пучок рентгеновских лучей с длиной волны λ и расходимостью α в плоскости рисунка. Будем также считать, что расходимость в перпендикулярном направлении равна нулю. Положим, что распределение интенсивности в падающем пучке задается функцией $I_0(\alpha)$, тогда интегральная интенсивность пучка шириной $d\alpha$ будет равна $I_0(\alpha)d\alpha$. При отражении от первого

кристалла возникнет пучок O_1O_2 с интенсивностью $I_0(\alpha)R_A(\alpha)d\alpha$. Тогда пучок, отраженный от второго кристалла будет иметь интенсивность $I_0(\alpha)R_A(\alpha)R_B(\alpha-\beta)d\alpha$. Полная интенсивность, отраженная от второго кристалла может быть получена интегрированием этого выражения по всему интервалу расходимости первичного пучка

$$I(\beta) = \int_{\alpha_1}^{\alpha_2} I_0(\alpha) \cdot R_A(\alpha) \cdot R_B(\alpha - \beta) \cdot d\alpha \quad (2.12)$$

Так как ширина кривой отражения для хороших кристаллов составляет единицы или доли угловой секунды (подинтегральное выражение заметно отличается от нуля только в очень узкой области), а угловая расходимость пучка может составлять десятки угловых минут, пределы интегрирования можно расширить до бесконечности

$$I(\beta) = \int_{-\infty}^{+\infty} I_0(\alpha) \cdot R_A(\alpha) \cdot R_B(\alpha - \beta) \cdot d\alpha \quad (2.13)$$

Кроме того можно положить, что распределение интенсивности в падающем пучке слабо зависит от угла α в области отражения первого и второго кристаллов. Поэтому функцию $I_0(\alpha)$ можно вынести из под интеграла.

$$I(\beta) = I_0(\alpha) \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} R_A(\alpha) \cdot R_B(\alpha - \beta) \cdot d\alpha \quad (2.14)$$

Аналогичным образом может быть представлена интенсивность, отраженная первым кристаллом

$$I_A(\beta) = I_0(\alpha) \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} R_A(\alpha) \cdot d\alpha \quad (2.15)$$

Полученное выражение представляет собой по существу константу. Разделив выражение (2.14) на (2.15), мы получим интенсивность отражения второго кристалла в зависимости от его углового положения β

$$I_B(\beta) = I_0 \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} R_A(\alpha) \cdot R_B(\alpha - \beta) \cdot d\alpha \quad (2.16)$$

Теперь несколько расширим задачу. Пусть на кристалл A падает пучок рентгеновского излучения, содержащий две длины волны λ_1 и $\lambda_1 + \Delta\lambda$ с углами дифракции θ_1 и $\theta_1 + \Delta\theta$. Если расходимость падающего пучка α больше угловой спектральной ширины $\Delta\theta$, обе длины волны будут одновременно отражаться кристаллом A (см.рис.2.8). Отраженные кристаллом A лучи падают на кристалл B под такими же углами. При повороте кристалла B , проходя точно параллельное положение, он также одновременно как и кристалл A отразит обе длины волны. Причем, если ширина щели регистрирующего устройства больше угловой спектральной ширины пучка, измеряемая кривая отражения будет иметь ту же форму, что и для монохроматической волны. Этот вывод останется в силе и для непрерывного спектра с шириной $\Delta\lambda$ при условии, если $\Delta\theta < \alpha$. Отсюда следует чрезвычайно важный вывод о том, что в схеме $(1,-1)$ дисперсия равна нулю, и, следовательно, ограниченный спектральный интервал падающего пучка не будет влиять на измеряемую кривую отражения второго кристалла. Поэтому двухкристальные схемы с геометрией $(1,-1)$ обычно применяются для изучения параметров кривых отражения кристаллов.

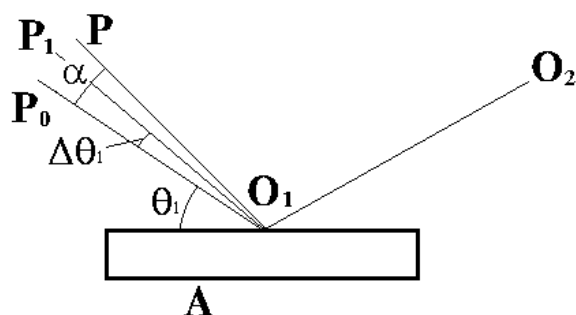


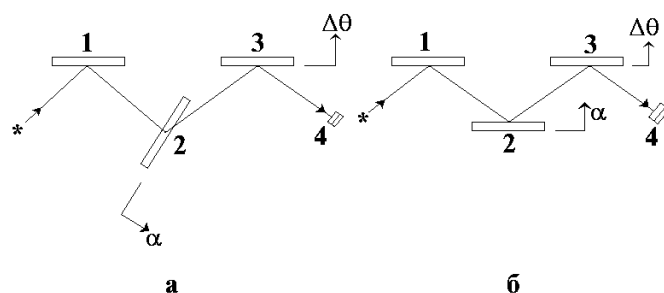
Рис.2.8.Схема расположения пучков при отражении двух длин волн от первого кристалла. Лучи P_0 и P_1 соответствуют длинам волн λ_1 и $\lambda_1 + \Delta\lambda$. Угол α определяет угловую расходимость падающего пучка.

Проведенные выше рассуждения останутся в основном справедливы и для схемы антипараллельного расположения кристаллов (1,1) с той лишь разницей, что в формуле (2.14) для интенсивности, отраженной вторым кристаллом, вместо аргумента $\alpha - \beta$ следует записать $\beta - \alpha$, и как следствие этого, дисперсия такой схемы равна сумме дисперсий отдельных кристаллов. Поэтому схемы двухкристалльных спектрометров с антипараллельным расположением кристаллов используются для изучения ширины и тонкой структуры спектральных линий в рентгеновской спектроскопии.

Дальнейшее развитие рентгеновские дифрактометры получили в схемах трехкристалльных спектрометров. Вообще идея многокристалльных дифрактометров впервые была высказана Дю-Мондом ещё в 1937 году [38]. Однако первые приборы появились значительно позже [32,34,35,37,39]. Связано это со значительными техническими трудностями. Дело в том, что в таких задачах приходится регистрировать повороты кристаллов и поддерживать угловое их положение в течении длительного времени с точностью $0.1 - 0.01$ угловых секунд, и это в какой-то степени являлось препятствием для широкого использования многокристалльных дифрактометров. В настоящее время приборы такого класса выпускаются целым рядом фирм [37]. Изложение основных принципов работы и некоторых применений трехкристалльных приборов можно найти в целом ряде обзоров, например в [40-41].

Основной идеей терхкристалльного дифрактометра является использование третьего кристалла в качестве анализатора углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, отраженных от второго кристалла, который является в данном случае исследуемым образцом. На рис.2.9 приведены два варианта схем трехкристалльного спектрометра.

Рис.2.9. Схемы трехкристалльных дифрактометров. а)-геометрия Лауэ; б)-геометрия Брэгга. 1-кристалл-монохроматор; 2-кристалл-образец; 3-кристалл-анализатор; 4-детектор



рентгеновского излучения.

Регистрируемая детектором интенсивность $I(\Delta\theta, \alpha)$ будет функцией углов поворота кристалла-образца α и кристалла-анализатора $\Delta\theta$. Таким образом появляется возможность измерять с высокой точностью тончайшие особенности кривых отражения и прохождения и, следовательно, получать информацию о структурном совершенстве реальных кристаллов.

В последние 10-15 лет в связи с интенсивным развитием динамической теории дифракции рентгеновских лучей и многочисленными экспериментальными исследованиями открылись новые возможности получения хорошо коллимированных монохроматических пучков с почти плоским фронтом. Здесь следует в первую очередь

отметить безщелевой коллиматор-монохроматор, предложенный У.Бонзе и М.Хартом [42-44], основанный на многократных брегговских отражениях пучка лучей от боковых стенок щели, пропиленной внутри кристаллического блока высокого совершенства вдоль определенного направления, как это показано на рис.2.10.а. По данным, приведенным в работах [44-46], устройства подобного рода позволяют получать монохроматизацию $\Delta\lambda/\lambda \approx 1 \cdot 10^{-5}$ при угловой ширине пучка в несколько угловых секунд.

К.Кора и Т.Мацушита [47-49] разработали целую гамму кристаллических коллиматоров-монохроматоров, использующих асимметричные отражения. Как следует из динамической теории, асимметрия брегговского отражения приводит к изменению угловой ширины пучка. Подбирая соответствующий угол падения, можно добиться очень малой расходимости отраженного пучка. В работе [49] было показано, что при углах падения около 1° и меньше, угловая ширина отраженного пучка может составлять доли угловой секунды. На рисунке 2.10.б в качестве примера показан один из таких приборов. Такие коллиматоры позволяют формировать практически плоскую монохроматическую волну с расходимостью порядка $0.1-0.01$ угловой секунды. Естественно, что светосила этих устройств незначительна. Это препятствие практически снимается при использовании современных мощных источников рентгеновского излучения (например синхротронных).

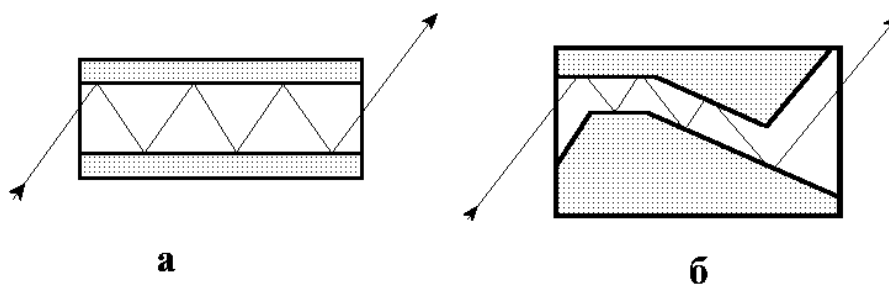


Рис.10. Рентгенооптические схемы монокристаллических коллиматоров-монохроматоров. а)-щелевой монохроматор ; б)-монохроматор-коллиматор.

В настоящее время существует значительное число более сложных рентгенооптических схем кристаллических коллиматоров-монохроматоров, однако рассмотрение таких схем выходит за рамки данной книги.

ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

Рассмотренные выше интегральные методы исследования однородно распределенных в кристалле дефектов имеют важное значение для исследования структурного совершенства кристаллов с малыми искажениями и использовались в основном для исследования полупроводниковых и оптических материалов.

Интересные результаты были получены при исследовании твердых растворов *As* в *Ge*, *Te* в *GaAs* на различных этапах распада [30,31,50-53]. Установлено, что на ранних стадиях возникают кластеры, а при дальнейшем распаде - дислокационные петли и протяженные дислокации. Интегральные методы в данном случае позволили определять доминирующий тип дефектов, возникающих на разных стадиях распада.

Методами интегральных характеристик изучена кинетика образования дефектов в бездислокационных кристаллах кремния при распаде твердого раствора *Si-O* [53,54]. Показано, что присутствие в кристаллах дислокаций роста приводит к увеличению скорости распада твердого раствора, причем на начальных стадиях отжига происходит, в основном, образование сегрегаций атомов кислорода, в дальнейшем на базе этих выделений образуются дислокационные петли.

Интегральные методы применялись и для исследования распределенных искажений решетки монокристаллов *Si*, *Ge*, вызванных механическим изгибом, упругой и пластической деформацией [55-59]. Было показано, что анализ поведения толщинных зависимостей логарифма скачка интенсивности у *K*-края позволяет делать вывод о природе возникающих деформаций.

Весьма интересны результаты исследований методами интегральных характеристик процессов распада пересыщенных твердых растворов *Cu* и *Ni* в *Ge* [60,61]. При определенных условиях в образцах формируются мелкие блоки, границы которых состоят из зародышей выделяющейся фазы.

Методами интегральных характеристик при исследовании монокристаллов *InSb* удалось обнаружить нарушение закона Фриделя при лауэвской дифракции [62,63].

Приведенные выше, а так же многие другие, имеющиеся в литературе [64,66] примеры, позволяют сделать следующий вывод: интегральные методы исследования являются мощным инструментом исследования реальной структуры кристаллов, они позволяют получать весьма тонкую и надежную информацию о параметрах структурного совершенства кристаллов в процессе разнообразных внешних воздействий и в целом ряде случаев являются единственным методом исследования. Несмотря на большую историю эти методы получили серьезное распространение лишь в последнее время, благодаря широкому фронту работ по динамическому рассеянию. Несомненно дальнейшие исследования в этой области расширят наши экспериментальные возможности и принесут новые интересные результаты.