

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ
ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.73

ИЗУЧЕНИЕ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛА ПАРАТЕЛЛУРИТА
С ПОМОЩЬЮ МНГОВОЛНОВОЙ ДИФРАКЦИИ И СТАНДАРТНОЙ
ДВУХВОЛНОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

© 2013 г. Н. В. Марченков, А. Е. Благов, В. А. Ломонов, Ю. В. Писаревский, М. В. Ковальчук

Институт кристаллографии РАН, Москва

E-mail: marchenkov@ns.crys.ras.ru

Поступила в редакцию 15.10.2012 г.

Многоволновая рентгеновская дифракция использована для исследования структуры кристаллических образцов. В кристалле парателлурифта проведен цикл локальных измерений кривых дифракционного отражения рефлексов (220) и (371), находящихся в условиях многоволновой дифракции. Полученные данные использованы для сравнения чувствительности к дефектам структуры метода двухволновой дифрактометрии и метода многоволновой дифракции, позволяющего исследовать фазу рентгеновских волн. Результаты сравнения выявили более высокую способность к обнаружению дефектов фазочувствительного метода.

DOI: 10.7868/S0023476113020161

ВВЕДЕНИЕ

Рентгенодифракционные методы в течение многих лет плодотворно применяются для изучения структуры кристаллических материалов [1]. В основе большинства рентгенодифракционных экспериментов лежит измерение двухкристальной кривой дифракционного отражения (КДО), ширина которой является паспортной характеристикой кристаллических образцов. В процессе записи КДО, как и в подавляющем большинстве рентгеновских измерений, учитывается только амплитуда дифрагированного рентгеновского излучения. Одним из немногих эффектов, где проявляется фаза рентгеновских волн, является так называемая многоволновая дифракция (МД) [2, 3], при реализации которой наблюдается интерференция однократно дифрагированной волны с волной, переотраженной несколькими системами атомных плоскостей в тот же рефлекс.

Подавляющая часть работ по МД относится к кристаллу в целом [4]. В [5, 6] метод высокоразрешающей МД эффективно использован для исследования особенностей распределения атомов по глубине образца в слоистых структурах.

В настоящей работе анализируются возможности явления МД для изучения пространственного распределения дефектов структуры кристалла вдоль поверхности образца в сравнении со стандартной методикой измерения КДО.

ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

Исследовался монокристалл диоксида теллура (парателлурифт, TeO_2). Явление МД в кристаллах парателлурифта описано в [7, 8]. Исследуемый кристалл TeO_2 имел вид цилиндрической були диаметром 55 мм, выращенной в экспериментальном режиме, при котором фронт кристаллизации отличался от плоского, что способствует образованию дефектов. Исследуемая поверхность образца параллельна кристаллографическим плоскостям (110) (рис. 1).

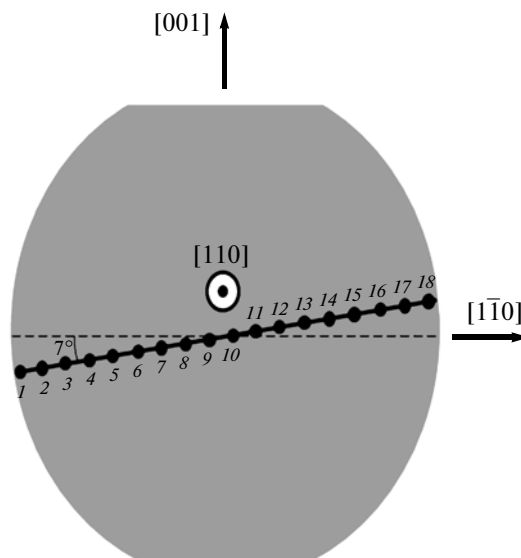


Рис. 1. Кристаллографическая ориентация и направление пространственного сканирования вдоль поверхности кристалла TeO_2 .

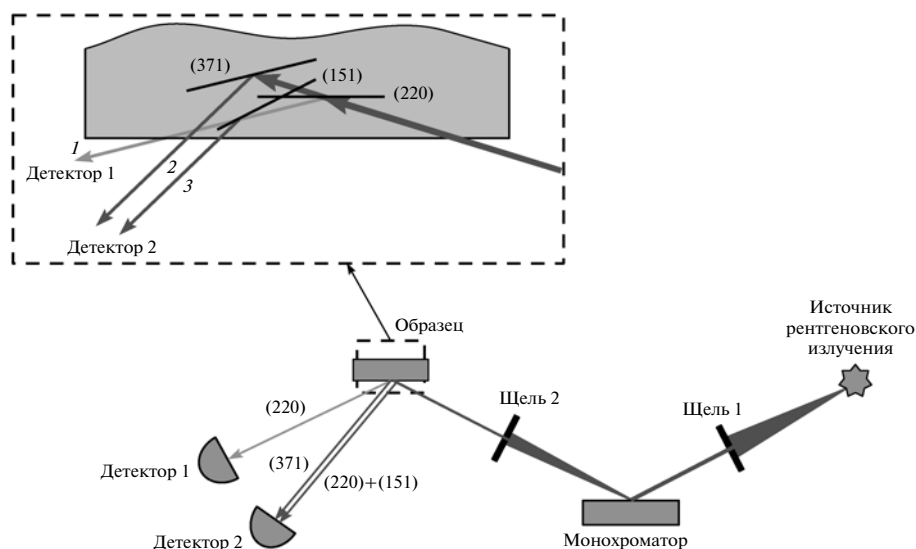


Рис. 2. Схема реализации эксперимента по многоволновой дифракции в кристалле TeO_2 .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ И ОБОРУДОВАНИЕ

Эксперимент по пространственному исследованию дефектной структуры кристалла TeO_2 методом МД проводился на полуавтоматическом рентгеновском спектрометре АССВ-1. Схема эксперимента представлена на рис. 2. В работе использован один из возможных случаев реализации МД в кристалле TeO_2 . В качестве рефлексов, используемых для настройки компланарной схемы, были выбраны рефлексы (220) и (371). Выбор данной пары рефлексов обусловлен ориентацией поверхности исследуемого образца и выполнением для них условий МД. Кроме того, рефлекс (220) обладает интенсивностью, на несколько порядков большей, чем рефлекс (371), что в значительной степени облегчает наблюдение эффекта интерференционного взаимодействия. Измерения проводились в двухкристальной схеме, в геометрии Брэгга. В качестве монохроматора использовался монокристалл $\text{Si}(220)$, подобранный так, чтобы свести к минимуму эффект дисперсионности рентгенооптической схемы для рефлекса (220) кристалла TeO_2 . Запись интенсивности дифрагированных пучков проводилась с помощью двух сцинтилляционных NaI -детекторов.

При реализации такой многоволновой схемы в кристалле помимо однократно отраженных плоскостями (220) и (371) рентгеновских пучков (пучки 1 и 2 на рис. 2 соответственно) существует еще пучок, последовательно отраженный плоскостями (220) и (151) (пучок 3 на рис. 2). Рефлекс (151) называется связующим [3]: вектор его обратной решетки определяется разностью векторов обратных решеток основных рефлексов (371) и (220). В

результате такого переотражения пучок 3 будет распространяться в том же направлении, что и пучок 2, дифрагированный плоскостями (371). При этом сохраняются условия их когерентности, что приводит к интерференции. Пучки 2 и 3 проходят различный путь в исследуемом кристалле, следовательно, набегает определенная разность фаз между ними, определяющая характер этого интерференционного взаимодействия. При изменении угла падения рентгеновского излучения на образец пути, пройденные в кристалле пучками 2 и 3, будут изменяться, что приведет к изменению разности фаз и, как следствие, характера интерференционного взаимодействия. Таким образом, при записи КДО рефлексов (220) и (371) наблюдается искажение формы КДО рефлекса (371) в области существования частично переотражаемого плоскостью (151) рефлекса (220), вызванное интерференционным взаимодействием этих рефлексов (рис. 3). Характер искажения напрямую зависит от фазовых соотношений взаимодействующих рентгеновских волн и является очень чувствительным к деформациям кристаллической структуры, поскольку данные деформации изменяют длину путей пройденных дифрагированными пучками в кристалле, а следовательно, и их соотношение фаз.

Для записи КДО рефлексов (220) и (371) проводилось сканирование по углу падения рентгеновского пучка, осуществляемое посредством поворота исследуемого кристалла при помощи прецизионного гониометра с шагом 1 угл. с. Для локального исследования структуры кристалла TeO_2 запись КДО взаимодействующих рефлексов проводилась в разных точках поверхности (110) кристалла, расположенных вдоль одного из его

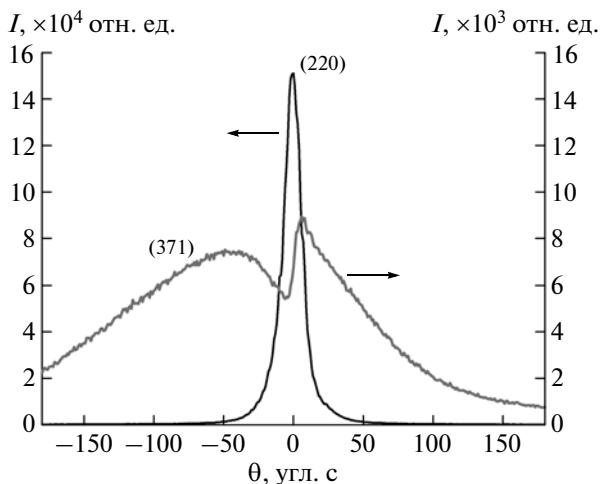


Рис. 3. Кривые дифракционного отражения рефлексов (220) и (371) кристалла TeO_2 , находящихся в условиях многоволновой дифракции для большинства исследованных участков кристалла (точки 1–3, 7–18 на рис. 1).

диаметров, составляющего угол 7° с направлением $[1\bar{1}0]$ (рис. 1). Сканирование вдоль указанного выше диаметра кристалла проведено с шагом 3.2 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

После пространственного сканирования поверхности кристалла TeO_2 были построены графики КДО рефлексов (220) и (371) (рис. 4). В точке 3 поверхности исследуемого образца (рис. 1) на КДО рефлекса (371) в области совпадения с условием дифракции для рефлекса (220) видна типичная дисперсионная кривая, отражающая интерференцию прямой дифракции (371) и двойной дифракции посредством семейств атомных плоскостей (220) и (151) (рис. 3). Такие же кривые наблюдались в большинстве из 18 измеренных точек. В точках 4 и 5 поверхности кристалла, соответствующих дефектной области кристалла, КДО (220) оказывается несколько уширенной, в то время как дисперсионная часть кривой (371) искажается существенно (рис. 4а). В точке 6 КДО (220) практически возвращается к форме, соответствующей идеальному кристаллу, тогда как для многоволнового взаимодействия дисперсионная часть, определяемая соотношением фаз взаимодействующих волн (волны от прямой дифракции через рефлекс (371), и от МД через рефлексы (220) и (151)), все еще сильно отличается от кривой для совершенного кристалла (рис. 4б). При дальнейшем сканировании по образцу КДО возвращаются к виду, показанному на рис. 3 и характеризующему идеальный кристалл.

Таким образом, полученные результаты указывают на то, что МД за счет влияния на нее фазы рентгеновских волн более чувствительна к обна-

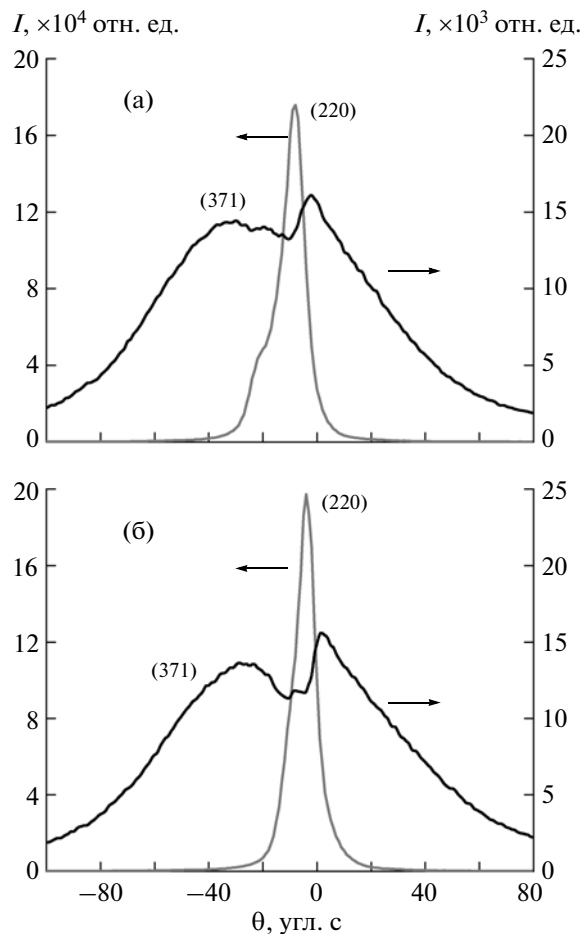


Рис. 4. Кривые дифракционного отражения тех же рефлексов TeO_2 что и на рис. 3, измеренные в дефектной области (точки 4–6 рис. 1). На кривой 4а, измеренной в точке 4, КДО (220) оказывается несколько уширенной в то время как дисперсионная часть кривой (371) искажается существенно. На кривой, измеренной в точке 6, уширение КДО (220) уже не заметно, тогда как дисперсионная часть кривой (371) сильно искажена.

ружению дефектов в кристалле, чем стандартная двухволновая дифракция.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые экспериментально продемонстрированы возможности многоволновой дифракции для детального изучения дефектной структуры кристаллов. С учетом тех перспектив, которые открывает в изучении особенностей кристаллической структуры многоволновая дифракция, следующими шагами должно быть дальнейшее освоение и усовершенствование описанной методики и независимое изучение проявленных дефектов другими методами.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки (Государственные контракты № 16.523.11.3005, 16.518.11.7026, 16.740.11.0095) и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 24 (подпрограмма 3.1).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ковальчук М.В., Кон В.Г. // УФН. 1986. Т. 149. Вып. 1. С. 69.
2. Чжан Ш., Поликарпов М.А., Афанасьев А.М. // Многоволновая дифракция рентгеновских лучей в кристаллах. 1987.
3. Chang S.—L. // Crystallography Rev. 1987. V. 1. P. 87.
4. Avanci L.H., Cardoso L.P., Girdwood S.E., Pugh D. // Phys. Rev. Lett. 1998. V. 81. № 24. P. 5426.
5. Brown B.R., Halliwell M.A., Isherwood B.J. // J. Microscopy. 1980. V. 118. P. 375.
6. Isherwood B.J. // J. Cryst. Growth. 1981. V. 54. P. 449.
7. Благов А.Е., Ковальчук М.В., Кон В.Г. и др. // Кристаллография. 2010. Т. 55. № 1. С. 12.
8. Благов А.Е., Ковальчук М.В., Кон В.Г. и др. // Поверхность. 2011. № 9. С. 12.