

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РСФСР ПО ДЕЛАМ НАУКИ И ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ
САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Кафедра физики твердого тела

ПРАКТИКУМ ПО СПЕЦИАЛЬНЫМ МЕТОДАМ
РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Лабораторная работа № 4

ЭФФЕКТ БОРМАНА

Составитель: канд. физ.-мат. наук, доцент А.В. Покоев
Отв. редактор: докт. техн. наук, профессор А.А. Жирнов

Лабораторная работа № 4

ЭФФЕКТ ФОРМАНА

Цель работы – ознакомление с эффектом Бормана, возникающего за счет динамического взаимодействия рентгеновских лучей с достаточно совершенными кристаллами, экспериментальное наблюдение этого эффекта и использование его для определения степени совершенства кристалла.

I. Сущность эффекта Бормана

Рассеяние излучения совершенными и слабо искаженными кристаллами описывается динамической теорией рассеяния рентгеновских лучей, которая, в отличие от кинематической теории, учитывает взаимодействие между падающими и рассеянными пучками лучей. Если кристалл находится в отражающем положении, то в результате этого взаимодействия в совершенном кристалле распространяется два "стоячих" электромагнитных поля /точнее говоря, четыре поля, которые соответствуют двум поляризациям/.

Наиболее характерны рассматриваемые здесь два поля, так как вторая поляризация поглощается сильнее. В случае кристалла с решеткой типа алмаза, например, для плоскости (220) пучности одного из этих полей приходятся на середину межплоскостных промежутков, второго – на атомные плоскости рис. I. Это означает, что интенсивность первого поля будет максимальна в области, где практически нет электронов, и поэтому это поле поглощаться не будет. Интенсивность второго поля будет максимальна именно в области локализации электронов, и оно будет поглощаться очень сильно. Если кристалл достаточно толст, то второе поле полностью поглотится, а первое полностью пройдет.

Однако ситуация существенно изменится, если в кристалле есть дефекты. В этом случае часть атомов окажется смещенной в область, где интенсивность первого поля станет ослабляться, и интенсивность прошедшего через кристалл рентгеновского луча будет меньше, чем в случае бездефектного кристалла.

Теоретические и экспериментальные исследования показали, что если рентгеновский луч падает на кристалл строго под углом Вульфа Брэгга $\theta = \arcsin(\lambda/2d)$, то интерференционный коэффициент погло-

шения $\mu_{\text{инт}}$ связан с обычным коэффициентом фотоэлектрического поглощения рентгеновских лучей μ_0 следующим соотношением:

$$\mu_{\text{инт}} = \mu_0 (1 + \varepsilon c e^{-M}), \quad (I)$$

Здесь ε — отношение мнимых частей амплитуд рассеяния рентгеновских лучей в направлении рассматриваемого рефлекса и падающего пучка (эту величину можно принять равной 0,995); c — фактор поляризации, равный 1 для наиболее интересного в рассматриваемого случае поля; M — фактор, связанный с существованием тепло-

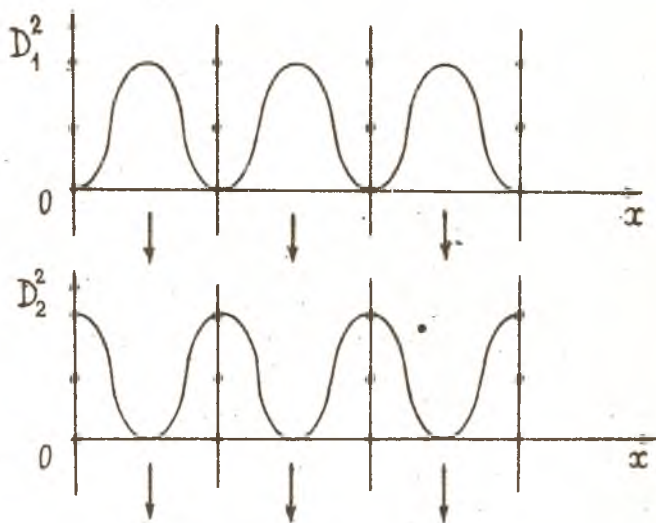


Рис. 1. Распределение квадрата амплитуды волнового поля вдоль оси x , перпендикулярной отражающим плоскостям для отражения (220); сплошные вертикальные линии — следы плоскостей (220), проходящих через центры атомов; стрелками показано направление течения энергии.

рых колебаний атомов в кристалле. Он характеризует амплитуду тепловых колебаний и равен

$$M = 8/3 \pi^2 \bar{u}^2 \sin^2 \theta / \lambda^2 = \beta \sin^2 \theta / \lambda^2 = \beta (h^2 + k^2 + l^2) / (4a^2), \quad (2)$$

где $\bar{u}^2$ - среднеквадратичная амплитуда тепловых колебаний атомов, λ - длина волны. Знак (-) в формуле (1) относится к первому полю, а знак (+) - ко второму.

Поскольку в обычных условиях $\beta \sim 0,3 + 0,8 \lambda^2$, а для наиболее сильно отражающих плоскостей $\sin^2 \theta / \lambda^2 \sim 0,2 + 0,4$, то для соответствующих этим плоскостям рефлексов $M \sim 0,05$ и $\varepsilon \varepsilon^M \sim 0,95$. В результате коэффициент поглощения для первого поля уменьшится в 20 или более раз, а для второго возрастет почти в два раза. Обычный фотоэлектрический коэффициент поглощения, характеризующий поглощение рентгеновских лучей, падающих на кристалл, не находящийся в отражающем положении, является полусуммой коэффициентов поглощения двух рассматриваемых полей.

2. Использование эффекта Бормана для определения плотности дислокаций

Теория влияния дислокаций (и других протяженных дефектов) на интерференционный коэффициент поглощения еще разрабатывается. Однако удалось экспериментально и теоретически построить зависимость $\mu_{\text{инт}}/\mu_0$ от плотности дислокаций для кристаллов Si, Ge, Ga, Zn.

Полученные данные представлены на рис.2. Из кривых видно, что для каждого из кристаллов существует диапазон плотностей дислокаций N , для которых по $\mu_{\text{инт}}$ возможно определение N . При достаточно больших плотностях дислокаций $\mu_{\text{инт}}$ становится равным μ_0 . Поэтому для кристалла, содержащего значительные концентрации протяженных дефектов, коэффициент поглощения не зависит от положения кристалла по отношению к падающему пучку и равен коэффициенту фотоэлектрического поглощения μ_0 .

Таким образом, для того, чтобы найти плотность дислокаций, необходимо определить из эксперимента $\mu_{\text{инт}}$ и сравнить полученные данные с графиком из рис.2. Если полученное μ находится в области значений, характерных для бездислокационных кристаллов или кристаллов с малой плотностью дислокаций, то подставляя $\mu_{\text{инт}}$ в (1), можно найти M , а затем и $\bar{u}^2$. При этом возможны два способа. Первый состоит в использовании взятых из таблиц значений μ_0 , при расчете M по формуле (1). Второй - в одновременном определении μ_0

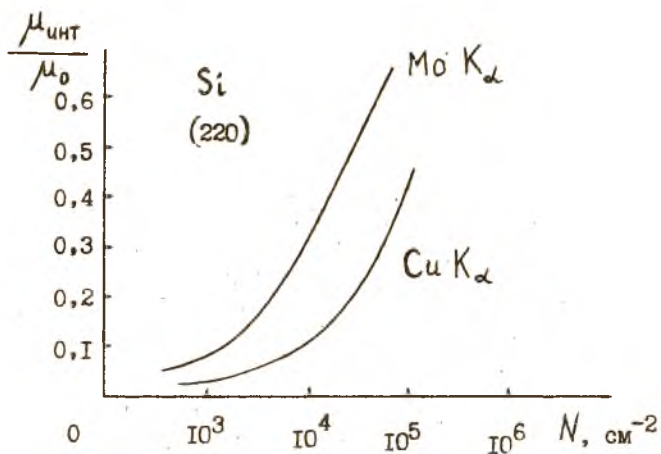
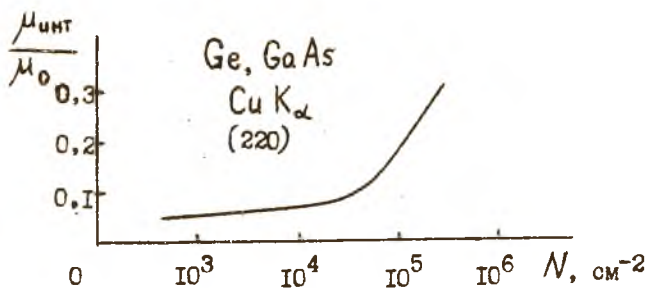


Рис.2. Теоретическая зависимость интерференционного коэффициента поглощения от плотности дислокаций

и $\mu_{\text{инт}}$ непосредственно из эксперимента, проделанного так, чтобы были получены значения $\mu_{\text{инт}}$ для двух отражающих плоскостей. Например, если определить $\mu_{\text{инт}}$ для плоскостей типа (220) и (400), то

$$\begin{aligned}\mu_{\text{инт}, 220} &= \mu_0 (1 - \varepsilon e^{-M_{220}}), \\ \mu_{\text{инт}, 400} &= \mu_0 (1 - \varepsilon e^{-M_{400}}).\end{aligned}\quad (3)$$

Поскольку $M_{400} = 4\beta/a^2 = 2M_{220}$, то можно обозначить $e^{-M_{220}} = x$, $e^{-M_{400}} = x^2$. Тогда

$$\mu_{\text{инт}, 400} / \mu_{\text{инт}, 220} = (1 - \varepsilon x^2) / (1 - \varepsilon x) = \alpha.$$

и x находится из решения уравнения $x^2 - \alpha x + (\alpha - 1)/\varepsilon = 0$.

Подставляя полученные значения x в одно из уравнений системы (3), можно найти μ_0 .

3. Экспериментальный метод определения аномального коэффициента поглощения рентгеновских лучей

Интерференционный коэффициент поглощения рентгеновских лучей может быть определен из сравнения интегральных интенсивностей одного и того же рефлекса, полученных на кристаллах разной величины. Като показал, что в динамической теории рассеяния интегральная интенсивность рассеяния имеет вид:

$$R \sim t_0^{1/2} e^{-\mu t}, \quad (4)$$

где t_0 - толщина кристалла, а t - длина пути рентгеновских лучей в кристалле ($t = t_0 / \cos \psi$, где ψ - угол между нормалью к поверхности пластины образца и отраженным пучком лучей). Поэтому если измерить интегральную интенсивность одинаковых рефлексов для кристаллов с толщинами t_1 и t_2 , то

$$\mu_{\text{инт}} = (\ln R_1 / R_2 - 1/2 \ln(t_2 / t_1)) / (t_2 - t_1). \quad (5)$$

3. Описание условий эксперимента

Измерение аномального коэффициента поглощения рентгеновских лучей предлагается провести на монокристаллах Si или Ge. Образец представляет собой диск, вырезанный ступенькой (рис.3). Наружные плоскости диска параллельны между собой и совпадают с определенной кристаллографической плоскостью. Обычно это плоскости (110), (100) или (111). Рекомендуется, хотя и не строго, измерения проводить при выведении в отражающее положение плоскостей, расположенных перпендикулярно к поверхности образца. Если

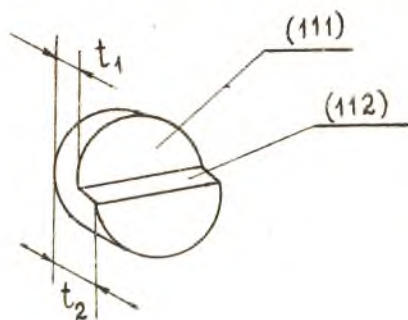


Рис. 3. Общий вид образца

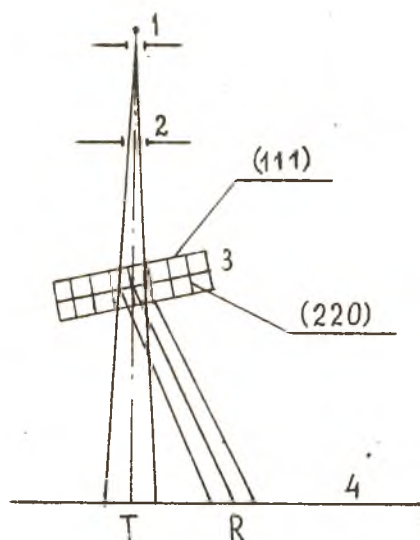


Рис. 4. Схема наблюдения эффекта Бормана:
 1 - источник; 2 - коллиматор; 3 - кристалл;
 4 - пленка; T и R - прошедший и отраженный лучи

внешняя поверхность образца параллельна (111), то рекомендуется вывести в отражающее положение плоскость (220); если внешняя поверхность (110), то-(220) или (040) (плоскости этого типа расположатся под углом 45°); если внешняя поверхность (001), то-(040) или (022).

Если нужно определить одновременно μ_0 и μ^{-1} , то следует найти их либо от плоскостей (400), либо (440). При этом следует получить вид формулы (2), соответствующий этим рефлексам.

Схема хода лучей изображены на рис.4. Рентгеновские лучи, выходя из рентгеновской трубки, проходят через коллимационную шель и широким расходящимся пучком падают на кристалл, выведенный в отражающее положение. Угол, на который необходимо повернуть кристалл вокруг вертикальной оси камеры, рассчитывается по формуле Вульфа-Брэгга, с учетом ориентации отражающих плоскостей относительно внешней поверхности образца. Регистрация прошедших сквозь кристалл рентгеновских лучей производится на фотопленке, помещенной в кассете за образцом. Кристалл устанавливается так, чтобы пучок рентгеновских лучей, сформированный коллимационной шелью, был перпендикулярен ступеньке и делился пополам. Величине интегральной интенсивности рефлексов определяется фотометрированием на микрофотометре или оценивается по маркам почернения.

4.Задание

1.Установить кристалл, так, чтобы внешняя поверхность его была перпендикулярно падающему лучу.

2.Повернуть кристалл на брэгговский угол, рассчитав его по формуле: $2d \sin \theta = n\lambda$.

3.Установить камеру с кристаллом для съемки по Борману перед рентгеновской трубкой, проэкспонировать 20-30 минут, проявить пленку. При этом на рентгенограмме появятся рефлекс, соответствующие прошедшему и дифрагированному пучкам. Поскольку кристалл вырезан ступенькой, рефлекс будет состоять из двух частей разной интенсивности. В дальнейшем целесообразнее работать с дифрагированным пучком.

4.Профотометрировать рентгенограмму в области сильной и слабой по интенсивности частей указанного рефлекса. Проверить, находятся ли почернения обеих частей рефлекса в линейной области зависимости почернения пленки от времени экспозиции. Если это усло-

ловие не выполняется, повторить эксперимент, изменив экспозицию.

5. Рассчитать длины путей, проходимых рентгеновскими лучами в частях кристалла разной толщины.

6. Вычислить $\mu_{\text{инт}}$.

7. Используя $\mu_{\text{инт}}$ и μ_0 , взятое из приложения, определить: а) среднеквадратичную амплитуду тепловых колебаний атомов (для почти совершенных кристаллов) и сравнить ее с табличными значениями; б) плотность дислокаций N .

8. Повернуть кристалл из отраженного положения на $5-7^\circ$ к исходному положению, получить рентгенограмму в условиях, тождественных указанным в п.3. Убедиться в отсутствии в этом случае лучей, прошедших по Борману.

9. Итогом работы является получение и сравнительный анализ рентгенограмм для двух положений кристалла, определение по рентгенограммам N или $\bar{u}^2$.

10. Решить задачу с рефлексами (400), (440).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ И ЗАДАНИЯ

1. Каковы пределы применимости кинематической и динамической теорий рассеяния рентгеновских лучей?

2. По какому принципу строится теория Дарвина и теория Эвальда-Лауэ?

3. Что такое дисперсионные поверхности? Как они строятся?

4. Как меняется коэффициент поглощения рентгеновских лучей в зависимости от условий дифракции и от структуры кристалла?

5. В чем сущность явления Бормана? Дать его толкование.

6. Рассчитать структурный фактор и коэффициент поглощения отражений (200), (III) и т.д. для кристалла Si (Ge, Ga As).

7. Каково влияние дефектов кристалла на коэффициент поглощения?

ЛИТЕРАТУРА

1. Bormann J. Phys. Zeit., 42, 157, 1944.

2. Bormann J. Phys. Zeit., 42, 297, 1950.

3. Kato N. J. Phys. Soc. Japan., 10, 46, 1955.

4. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей, ч.2, 1972.

5. Иверонова В.И., Кацнельсон А.А., Кисин В.И. Физика твердого тела, т. II, вып. II, 1969.

6. Иверонова В.И., Кузнецов А.В. Физика твердого тела. т. I5, вып. 9, 1973.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица I

Кристалл	$a, \text{\AA}$	$d_{220}, \text{\AA}$	$d_{400}, \text{\AA}$	$d_{440}, \text{\AA}$	$\mu_{\text{св}}, \text{см}^{-1}$	$\bar{U}^2 10^2, \text{\AA}^2$
Ge	5,657	2,000	1,414	1,000	352	2,13
Si	5,430	1,920	1,357	0,960	143	1,74
Ga As	5,653	1,999	1,413	0,990	390	2,13

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

1. Установку и остирровку образца в камере производить при выключенном аппарате.

2. Остировка камеры у окна рентгеновской трубки производится только в присутствии преподавателя. Время остирровки должно быть минимальным. Остировочные работы производить при минимальном режиме работы рентгеновского аппарата и максимальном использовании защитных средств (тубусы и экраны из свинца, резины, стекла). Необходимо следить, чтобы неиспользованные выходные окна были закрыты (заглушками), а места утечки рентгеновских лучей - свинцовыми экранами.

3. Запрещается оставлять действующие аппараты без наблюдения. Категорически запрещается смотреть по направлению рентгеновских пучков в выходные окна рентгеновских трубок, а также прерывать пучок рентгеновских лучей (рукой, туловищем и т.д.).

Редактор	Ильсова Г.В.
Техн.редактор	Старцева О.Ю.
Корректор	Голубева Н.В.

Подписано в печать 12.02.91 . Формат 60х84/16.
Бумага оберточная белая. Печать оперативная. Объем 1,0 печ.л.
Тираж 100 экз. Бесплатно. Заказ № 37

Самарский госуниверситет, 443011, г.Самара, ул. акад. Павлова, 1.

Отпечатано на РТИ МП "ОПТИМА".