Программа курса «ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ (избранные главы ~60 часов)

Преподаватель – лектор Проф., дфмн Э.В.Суворов

60 часов

ЦЕЛЬ КУРСА: Познакомить слушателей с физическими основами дифракционных методов исследования структуры конденсированных сред. Обучить постановке и проведению исследований структуры (атомной и кристаллической) и состава материалов. Освоить методы исследования реальной структуры кристаллов.

ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ, ПРИОБРЕТАЕМЫЕ СТУДЕНТАМИ:

1. Проведение структурного анализа кристаллических и аморфных материалов.
2. Исследование реальной структуры материалов (дефекты кристаллической структуры, их распределение, атомный состав) методами рентгеновской топографии и электронной микроскопии.
3. Практическая работа на электронном микроскопе (TEM, REM).
4. Использование современной вычислительной техники для анализа экспериментальных данных о структуре и свойствах конденсированных систем.

АННОТАЦИЯ К КУРСУ

В последние 15-20 лет появились принципиально новые материалы, такие как квазикристаллы, фуллерены, магнитные кристаллы с особыми свойствами, высокотемпературные сверхпроводящие керамики и монокристаллы, сегнетоэлектрики, сегнетоэластики, жидкие кристаллы, аморфные сплавы и пр., нашедшие применение в целом ряде направлений новой техники. Изучение их атомно-кристаллической структуры и свойств требует, как правило, привлечения комплекса самых разнообразных физических методов исследования, взаимно дополняющих друг друга.

Основными методами исследования атомно-кристаллической структуры являются методы, основанные на дифракции рентгеновских лучей, нейтронов и электронов. Курс состоит из двух частей: 1.) - классического структурного анализа и 2.) - методов исследования дефектов кристаллической структуры.

В первой части курса приводятся основные понятия симметрии кристаллических материалов, физические основы дифракционных методов изучения структуры и состава материалов, основы ретгеноструктурного анализа, методы изучения строения монокристаллических объектов, методы исследования мелкокристаллических порошков, жидких и аморфных объектов. Описываются основные методы рентгеноструктурного анализа, приводятся основные особенности применения дифракции нейтронов и электронов.

Вторая часть курса посвящена методам изучения реальной структуры кристаллов и содержит пять разделов. В первом разделе приведены наиболее важные сведения по физике дифракции ретгеновских лучей, нейтронов и электронов. Во втором - рассмотрены методы интегральных характеристик, позволяющие по весьма простым дифракционным параметрам определять степень совершенства кристаллов. В третьем - описаны основные методы рентгеновской дифракционной топографии, позволяющие исследовать топографию дефектов в объеме кристаллов без его разрушения. Четвертый раздел посвящен описанию основ высокоразрешающей электронной микроскопии. И, наконец, пятый раздел содержит материал по основам растровой электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа, рассматриваются основы туннельной и атомно-силовой микроскопии. Основное внимание в курсе уделяется физическим принципам, на которых основан каждый из описываемых методов. Данная дисциплина является фундаментальной и имеет теоретическую направленность. Вместе с тем она является теоретической базой для всех материаловедческих дисциплин и в этом смысле является профессионально ориентированной.

I. ОСНОВЫ КЛАССИЧЕСКОГО СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА КРИСТАЛЛОВ.

ТЕМА 1. Основные понятия симметрии кристаллов.

1. Симметрия кристаллов. Симметрия внешней огранки кристаллов. Основные элементы симметрии и их сочетания.

2. Точки-узлы, узловые ряды и плоскости в кристаллической решетке. Методы их обозначения. Индексы Миллера.

3. Методы изображения кристаллов и их симметрии. Стереографические проекции. Сетка Вульфа.

4. Группы симметрии. Симметрия физических свойств. Точечные группы симметрии. Обозначения и названия 32 групп точечной симметрии.

5. Классы симметрии и сингонии. 14 классов симметрии. Решетки Браве. Пространственные группы. 230 пространственных групп. Правильные системы точек. Интернациональные таблицы.

ТЕМА 2. Дифракционные методы исследования структуры материалов.

1. Методы получения рентгеновских лучей. Тормозной и характеристический спектр рентгеновского излучения. Интенсивность рентгеновского излучения. Закон Мозли. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Спектры поглощения. Фильтры. Флуоресценция. Синхротроны и возможности повышения интенсивности рентгеновских источников.

2. Киенматическое и динамическое приближения теории рассеяния. Основные положения кинематического приближения теории рассеяния. Рассеяние рентгеновских лучей на свободных электронах. Связанные электроны. Атомы.

3. Интерференционная функция Лауэ. Понятие обратной решетки. Свойства обратной решетки. Аппарат Фурье и обратная решетка. Геометрическая интерпретация условий дифракции. Сфера Эвальда и сфера ограничений.

4. Сложная решетка. Структурная амплитуда. Интенсивность рефлексов в сложной решетке. Законы погасаний рефлексов в сложной решетке.

5. Рассеяние в неупорядоченных системах. Рассеяние на случайных скоплениях атомов. Атомный фактор рассеяния.

6. Рассеяние рентгеновских лучей на колеблющихся атомах решетки. Влияние температуры. Приближение Дебая.

7. Рассеяние молекулами разреженного газа. Радиальная функция межатомных расстояний. Рассеяние системами с непрерывным распределением межатомных расстояний. Уравнение Дебая.

ТЕМА 3. Основы динамической теории рассеяния.

1. Основные положения динамического приближения теории рассеяния. Волновое поле в идеальном кристалле. Двухволновое приближение в совершенном кристалле.

2. Важнейшие следствия динамической теории рассеяния. Маятниковый эффект в поведении волнового поля в кристаллах. Эффект Бормана.

3. Волновое поле в кристалле с искажениями. Уравнения Такаги-Топена. Моделирование на ЭВМ дифракционного изображения дефектов.

ТЕМА 4. Определение симметрии, параметров решетки и структуры кристаллов методами РСА.

Метод Лаэграмм и его возможности. Метод Дебаеграмм. Дифрактометрия. Структурный анализ при низких и высоких температурах. Полный структурный анализ, получение карт распределения электронной плотности в элементарной ячейке кристалла. Определение координат атомов. Точности структурного анализа. Особенности дифракции нейтронов и электронов.

II. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ.

ТЕМА 5. Интегральные рентгеновские методы исследования дефектов в кристаллах.

1. Изучение формы дифракционных рефлексов. Изучение диффузного рассеяния вблизи рефлексов. Дилатации и разориентации в кристаллах.

2. Методы сканирования обратного пространства. Диаграммы Дюмонда. Однокристальные, двухкристальные и трехкристальные схемы. Рарешение в обратном пространстве.

3. Многокристальные коллиматоры. Многокристальный коллимтор Локсли-Таннера-Боуэна.

4. Изучение формы узлов обратной решетки и диффузного рассеяния – источник сведений о реальной структуре кристаллов.

5. Метод толщинных зависимостей измеренных интенсивностей для изучения дефектов в кристаллах (Елистратова-Ефимова).

ТЕМА 6. Рентгеновская дифракционная топография.

1. Рентгеновская дифракционная микроскопия. Введение. Методы рентгеновской топографии. Основные характеристики методов. Классификация типов контраста. Примеры применения топографических методов.

2. Классические методы рентгеновской топографии (РТ) История вопроса. Основные идеи Берга лежащие в основе дифракционной топографии. Метод Берга Барретта Другие схемы РТ (метод Шульца, Ламбо, Гинье-Тенневина, метод Фудживаро) Линейное и угловое разрешение Основные механизмы дифракционного изображения кристаллов. Возможности количественных измерений локальных деформаций кристаллической решетки.

3. Рентгеновская топография высокого разрешения Метод Ланга его возможности Линейное и угловое разрешение Чувствительность к разориентациям решетки Методы аномального прохождения основанные на эффекте Бормана Секционная топография Физические основы теории контраста Методы моделирования и расчета изображений

4. Плосковолновая топография Возможность анализировать дисторсию решетки, (разделение влияния деформации (изменение параметров решетки) и разориентации. Двухкристальная рентгеновская топография и спектроскопия Трехкристальная топграфия Для чего требуются усложнения рентгеновских топографических схем Возможности и ограничения

5. Рентгеновская топография в синхротронном излучении Методы получения излучения, особенности спектра, величины интенсивности Топография в непрерывном спектре Фазовая топография основанная на преломлении рентгеновских лучей и ее возможности Двухкристальная и многокристальная топография Специальные возможности топографии в синхротронном излучении.

6. Рентгеновский дифракционный контраст дефектов. Природа дифракционного изображения дислокации. Дифракционный контраст, формируемый в дальнем поле дислокации.

7. Фазово-экстинкционный контраст. Роль амплитудных эффектов в образовании дифракционного изображения дислокации.

8. Механизмы формирования изображения ближнего поля дислокации. Межветвевое рассеяние. Прямое изображение дислокации - фокальное пятно дислокационной линзы. Эффекты каналирования и внутреннего отражения блоховских волн в изображении дислокации. Природа теневого изображения дислокации в условиях аномального прохождения рентгеновских лучей.

ТЕМА 7. Электронная микроскопия высокого разрешения.

1.Основные характеристики оптических систем. Основы оптической микроскопии. Типы контраста (амплитудный и фазовый контраст). Формирование изображения в оптической системе. Микроскоп как дифракционный прибор. Подход Аббе Передаточная функция оптической системы. Разрешение.

2. Классическая схема электронного микроскопа. Источник электронов. Фокусирующие системы. Высокое ускоряющее напряжение. Плоскость изображения и плоскость дифракции.

2. Анализ аберраций в электронном микроскопе “Тонкий” фазовый объект в электронной микроскопии. Анализ передаточной функции электронного микроскопа. Метод оптического дифрактометра для экспериментального исследования передаточной функции.

3. Методы численного моделирования изображения высокого разрешения на ЭВМ. Примеры использования методов электронной микроскопии высокого разрешения.

ТЕМА 8. Основы растровой электронной микроскопии (РЭМ).

1. Устройство и принцип работы РЭМ. Формирование электронного зонда. Детекторы сигналов в РЭМ.

2. Взаимодействие электронного пучка с веществом. Основные механизмы потерь энергии электронов в веществе (упругие и неупругие потери). Основные источники сигналов, используемых для формирования изображения в РЭМ (отраженные электроны; вторичные электроны; рентгеновское излучение; оже-электроны; катодолюминесценция; наведенный ток). Область взаимодействия электронов зонда с веществом мишени.

3. Формирование контраста в РЭМ. Основные механизмы формирования изображения в РЭМ. Методы обработки видеосигнала в РЭМ.

4. Рентгеновский микроанализ. Методы регистрации рентгеновского спектра. Основные поправки, вводимые в количественном анализе

5. Примеры использования методов РЭМ.

ТЕМА 9. Методы исследования поверхности материала

1. Дифракция медленных электронов. Оже-спектроскопия. Вторично-ионная масс спектроскопия.

2. Основы туннельной микроскопии. Системы перемещения зонда. Обработка сигнала.

3. Атомно-силовая микроскопия. Области применения.

ТЕМА 10. Основы техники высокого вакуума.

Классификация ступеней вакуума. Методы получения различных ступеней выкуума. Методы измерения вакуума. Основные элементы вакуумных

систем. Материалы используемые в вакуумной технике. Основы вакуумной гигиены.

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

1. Получение Лауэграмм и их анализ.
2. Методы получения и анализа Дебаеграмм.
3. Рентгеновский дифрактометр.
4. Исследование дефектов в кристаллах методом Ланга.
5. Изучение структуры поверхности материалов методом растровой электронной микроскопии.
6. Изучение структуры тонких фольг с помощью просвечивающей электронной микроскопии и метода дифракции электронов.

СЕМИНАРНЫЕ ЗАНЯТИЯ

1. Анализ упругого поля вокруг индивидуальной дислокации.
2. Анализ погрешностей вносимых электронной оптической системой.
3. Решение задач по курсу.

ПРАКТИЧЕСКИЕ ЗАНЯТИЯ

1. Анализ Дебаеграмм.
2. Рентгеновская ориентировка кристаллов. Анализ Лауэграмм.
3. Анализ и обработка типичных дифракционных данных для аморфных материалов и других неравновесных конденсированных систем.
4. Определение типа дислокаций по рентгеновским топограммам.
5. Определение характера малоугловых границ, их разориентации и типа входящих в них дислокации с помощью фотографий электронно-микроскопических изображений с заданными дифракционными условиями.
6. Использование особенностей дифракционного контраста для анализа характеристик и природы дислокационных петель.
7. Моделирование изображения высокого разрешения кристаллической решетки на ЭВМ (по имеющейся в лаборатории программе).
8. Рассчет передаточной функции электронного микроскопа.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ОСНОВНАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Б.Бокий, А.И.Парай-Кошиц, Рентгеноструктурный анализ, Москва, МГУ, 1964, с.489
2. Я.С.Уманский, Рентгенография металлов, Москва, Металлургия, 1967, с.236
3. Дж.Каули, Физика дифракции, Москва, Мир, 1976, с.432

4. Э.В.Суворов Физические основы современных методов исследования реальной структуры кристаллов, Черноголовка, 1999, 231 с.
5. Рентгеновские и электронно-микроскопические методы анализа атомнокристаллической структуры материалов, под ред. В.Ш.Шехтмана, Э.В.Суворова, Лабораторный практикум, Черноголовка, 2000, 138 с.
6. Томас Г., Гориндж М. Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов, М., Наука, 1983, 320 с (стр. 40-47, 99-180, 195-203, 254-258, 270-271).
7. Морис Р., Мени Х., Тиксье Р. Микроанализ и растровая электронная микроскопия М., Мир, 1985, 406.
8. Методы анализа поверхностей. Под редакцией А.Зайдерны. Пер. с англ. М., Мир, 1979, 582 с (стр. 201-215)
9. Розанов А.А. Вакуумная механика М., Высшая школа, 1982, 207 с (стр. 68-113, 121-137)

Дополнительная литература.

1.А.А.Харкевич, Спектры и анализ, Москва, ГИ Физ.Мат.Лит.1962, с.234
2.Г.Пейн Физика колебаний и волн, Москва, Мир, 1979, с.390
3.Azaroff L.V. X-ray Diffraction, 1974, McGraw-Hill Book Company, New York, p.665
4.Р.Джеймс, Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, Москва, ИЛ, 1950, с.572
6. В.И.Иверонова, Г.П.Ревкевич, Теория рассеяния ренгеновских лучей, Москва, *МГУ,* 1978, с.278
7. Г.С.Жданов, Основы рентгеноструктурного анализа, Москва, Гостехиздат, 1940, с.446
8.А.М.Гинье, Рентгенография кристаллов, Москва, Физматгиз, 1961, с.604
9.Б.Я.Пинес Лекции по структурному анализу, Харьков, ХГУ, 1957, с.476
10.У.Вустер, Диффузное рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах, Москва, ИЛ, 1963, с.
11.А.Ф.Скрышевский, Структурный анализ жидкостей, Москва, Мир, 1976, с.256
13. М.А.Кривоглаз Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах, Киев, Наукова думка, 1983, с.251
14.З.Г.Пинскер, Рентгеновская кристаллооптика, Москва, Наука, 1982, с.390

Программу составил проф., д.ф.-м.н. Э.В.Суворов
10-08-2011

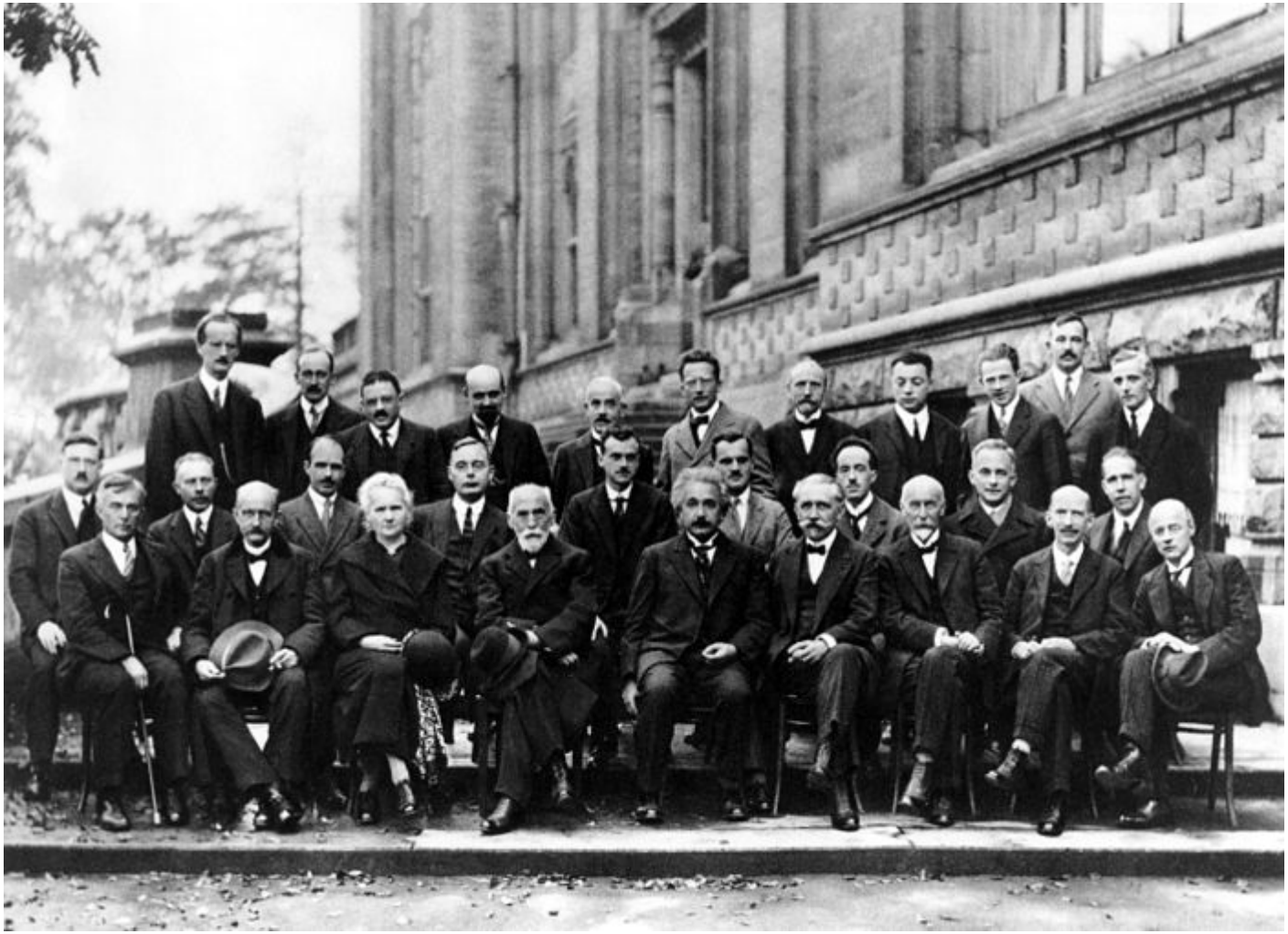
ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

(некоторые аспекты)

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Fifth conference participants, 1927. Institut International de Physique Solvay in Leopold Park

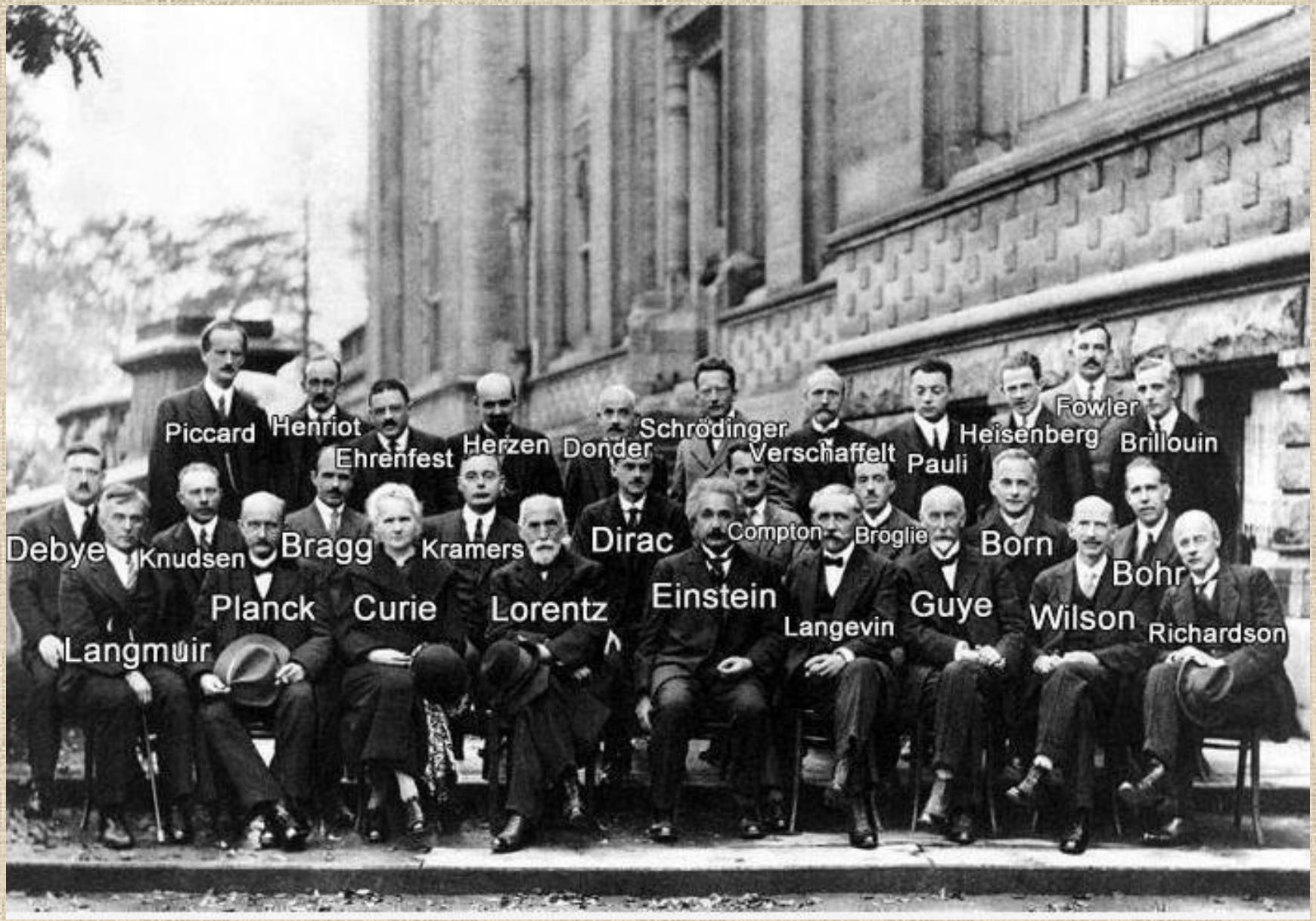


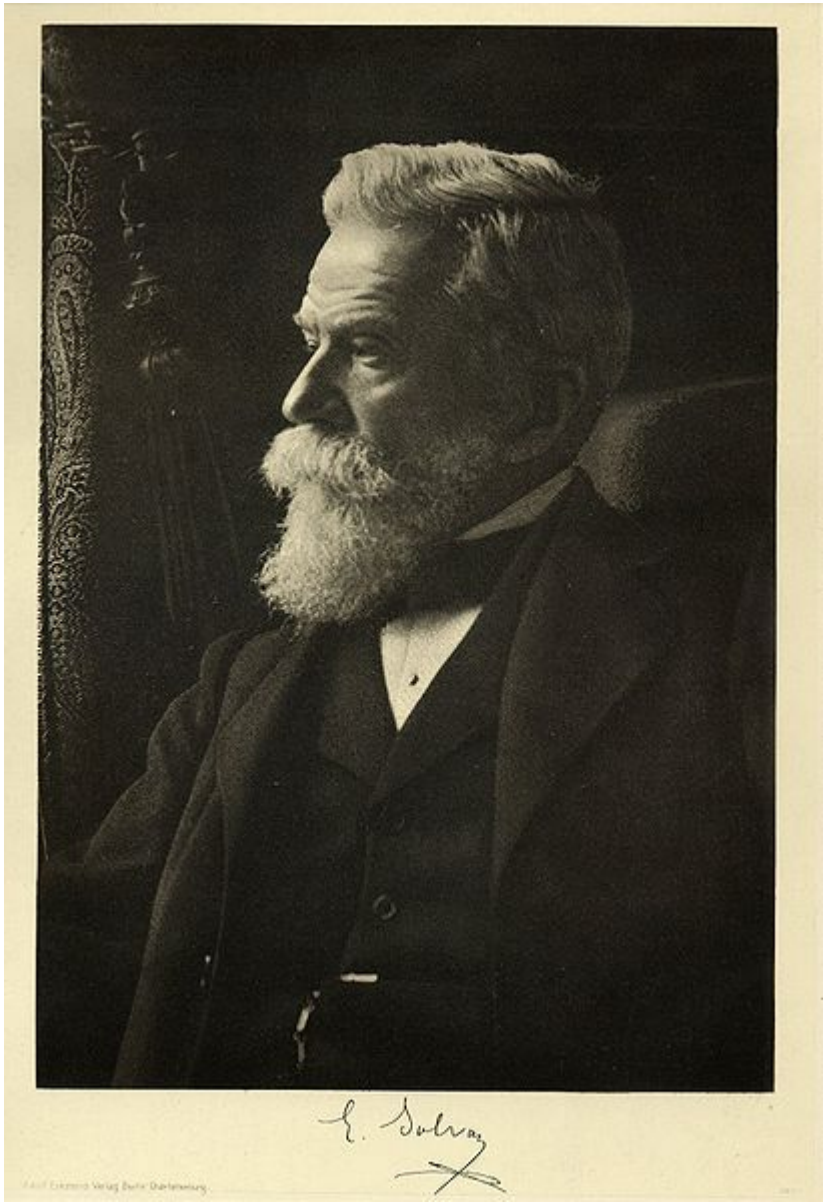
1-й ряд (слева направо): Ирвинг Ленгмюр, Макс Планк, Мария Кюри, Хенрик Лоренц, Альберт Эйнштейн, Поль Ланжевен, Шарль Гюи, Чарльз Вильсон, Оуэн Ричардсон.

2-й ряд (слева направо): Петер Дебай, Мартин Кнудсен, Уильям Брэгг, Хендрик Крамерс, Поль Дирак, Артур Комптон, Луи де Бройль, Макс Борн, Нильс Бор.

Стоят (слева направо): Огюст Пикар, Эмиль Анрио, Поль Эренфест, Эдуард Герцен, Теофил де Дондер, Эрвин Шрёдингер, Жюль Эмиль Вершафельт, Вольфганг Паули, Вернер Гейзенберг, Ральф Фаулер, Леон Бриллюэн.

Великие Ученые XX века создавшие современную физику





СОЛЬВЕ (Solvay), Эрнест Гастон
16 апреля 1838 г. – 26 мая 1922 г.

Эрнест Сольве – бельгийский химик-технолог и промышленник. Родился в Ребек-Роньоне в семье владельца каменоломни и солеварни. Получил домашнее образование. С 1859 г. начал помогать своему дяде в управлении газовым заводом в Брюсселе.
Основное направление исследований – создание химической технологии производства соды. Обнаружил (1861), что аммиак, диоксид углерода и раствор поваренной соли реагируют между собой с образованием бикарбоната натрия, который может быть превращён в соду (*способ Сольве*).
Преодолев технологические трудности, в частности решив в промышленном масштабе проблему смешения жидкости и газа, построил (1863) на средства семьи завод по производству соды. Способ Сольве быстро получил широкое распространение, так как был значительно проще и дешевле способа, предложенного ранее Н. Лебланом. Сольве сконструировал (1872) карбонизационную колонну. К 1890 г. основал содовые заводы в большинстве стран Европы и США.
Член Парижской академии наук (с 1917).

Эрнест Сольве организовал международную конференцию по физике. Первая конференция была проведена в 1911 году в Брюсселе с целью решить определенный вопрос, родившийся в физике: «Действительно ли нужно прибегать к квантовому описанию мира?»
Впервые кванты ввёл Макс Планк в статье 1900 года как математическое допущение, что свет излучается только определёнными порциями, позволившее решить задачу о спектре излучения абсолютно черного тела. Через пять лет Эйнштейн связывает кванты с распространением электромагнитных волн и объясняет фотоэлектрический эффект, а еще через несколько лет объясняет аномальное поведение теплоемкости при низких температурах. Однако многим физикам того времени не нравился квантовый метод описания природы. Для устранения таких сомнений следовало провести конференцию. К тому времени конференции по физике имели солидную историю (первой, возможно, была конференция 1815 года «Естественные науки», проведенная в Женеве химиком Х. А. Госсе). Однако первый Сольвеевский конгресс по физике установил новый тип научных встреч: для обсуждения самых важных проблем были приглашены только самые компетентные эксперты. Эта традиция сохранялась многие годы.
Ранние Сольвеевские конгрессы − это уникальные исторические источники о развитии физики.

Сольвеевские конгрессы по физике

I Сольвеевский конгресс (1911) «Излучение и кванты»
II Сольвеевский конгресс (1913) «Строение вещества»
III Сольвеевский конгресс (1921) «Атомы и электроны»
IV Сольвеевский конгресс (1924) «Проводимость металлов»
V Сольвеевский конгресс (1927) «Электроны и фотоны»
VI Сольвеевский конгресс (1930) «Магнитные свойства вещества»
VII Сольвеевский конгресс (1933) «Структура и свойства атомного ядра»
VIII Сольвеевский конгресс (1948) «Элементарные частицы»
IX Сольвеевский конгресс (1951) «Твёрдое тело»
X Сольвеевский конгресс (1954) «Электроны в металах»
XXII Сольвеевский конгресс (2001) «Физика коммуникаций»
XXIII Сольвеевский конгресс (2005) «Квантовая структура пространства-времени»
XXIV Сольвеевский конгресс (2008) «Квантовая теория конденсированных сред»
XXV Сольвеевский конгресс (2011) «Теория квантового мира»

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

(некоторые аспекты)

Введение

(зачем нужен этот курс и эта наука)

СОДЕРЖАНИЕ КУРСА

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ
(некоторые аспекты)

Курс лекций рассчитан на два семестра
Примерно 30-35 лекций

Часть 1

Симметрия кристаллической решетки

Часть 2

Физика дифракции

Часть 3

Классический рентгеноструктурный анализ

Часть 4

Исследования реальной структуры кристаллов (кристаллы содержащие дефекты)

а.) интегральные методы;
б.) рентгеновская дифракционная топография

Часть 5

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ (HREM)

Часть 6

РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ (SEM)

Часть 7

РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

Часть 8

Методы исследования структуры поверхности

Часть 9

Физические основы вакуумной техники

Часть 10

Физические основы рентгеновской оптики

Часть 11

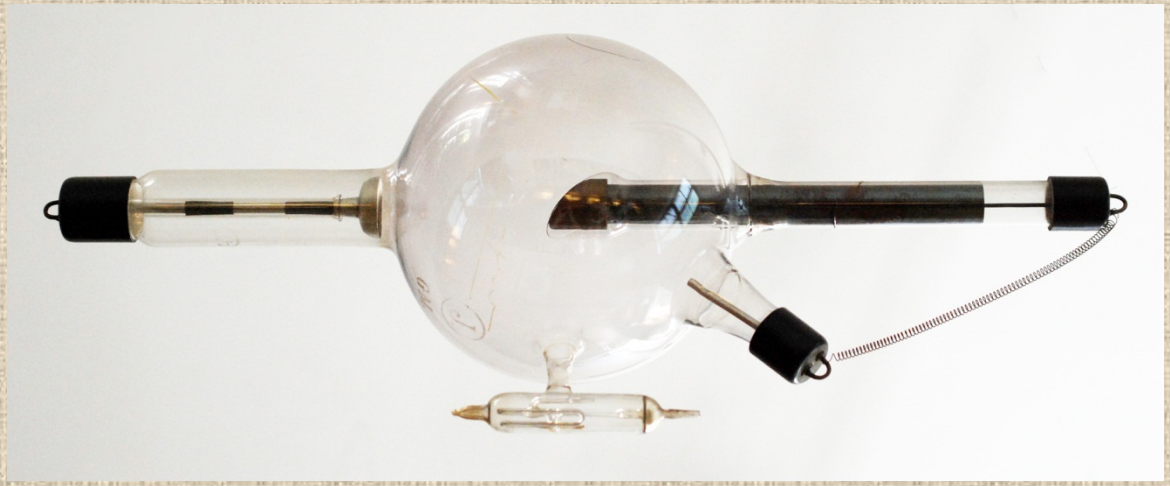
Задачи по курсу лекций

ОСНОВЫ КЛАССИЧЕСКОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА КРИСТАЛЛОВ

Открытие рентгеновских лучей (1896 г.)

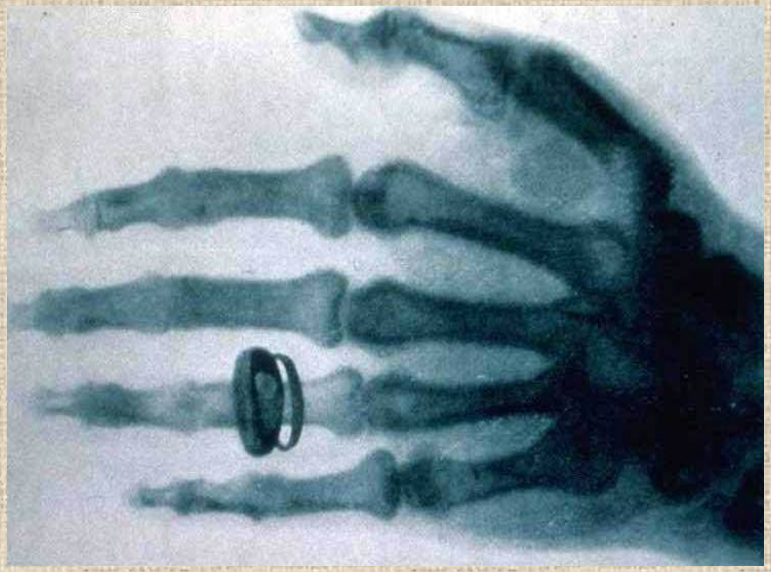
Вильгельм Конрад Рентген (Wilhelm Conrad Röntgen) 27 марта 1845 Линнепе, Германская империя, 10 февраля 1923 (77 лет) Мюнхен, Германия, Университет Мюнхена (научный руководитель Август Кундт)

Первая в истории науки Нобелевская премия (1901) по физике за открытие Х-излучения.



Эксперименты с катодными лучами и газовым разрядом 1896 год.

Трубка Крукса



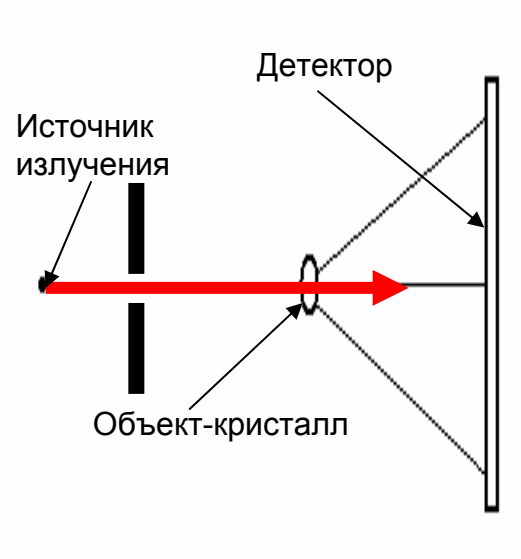
Все Нобелевские премии по физике 1901—1925

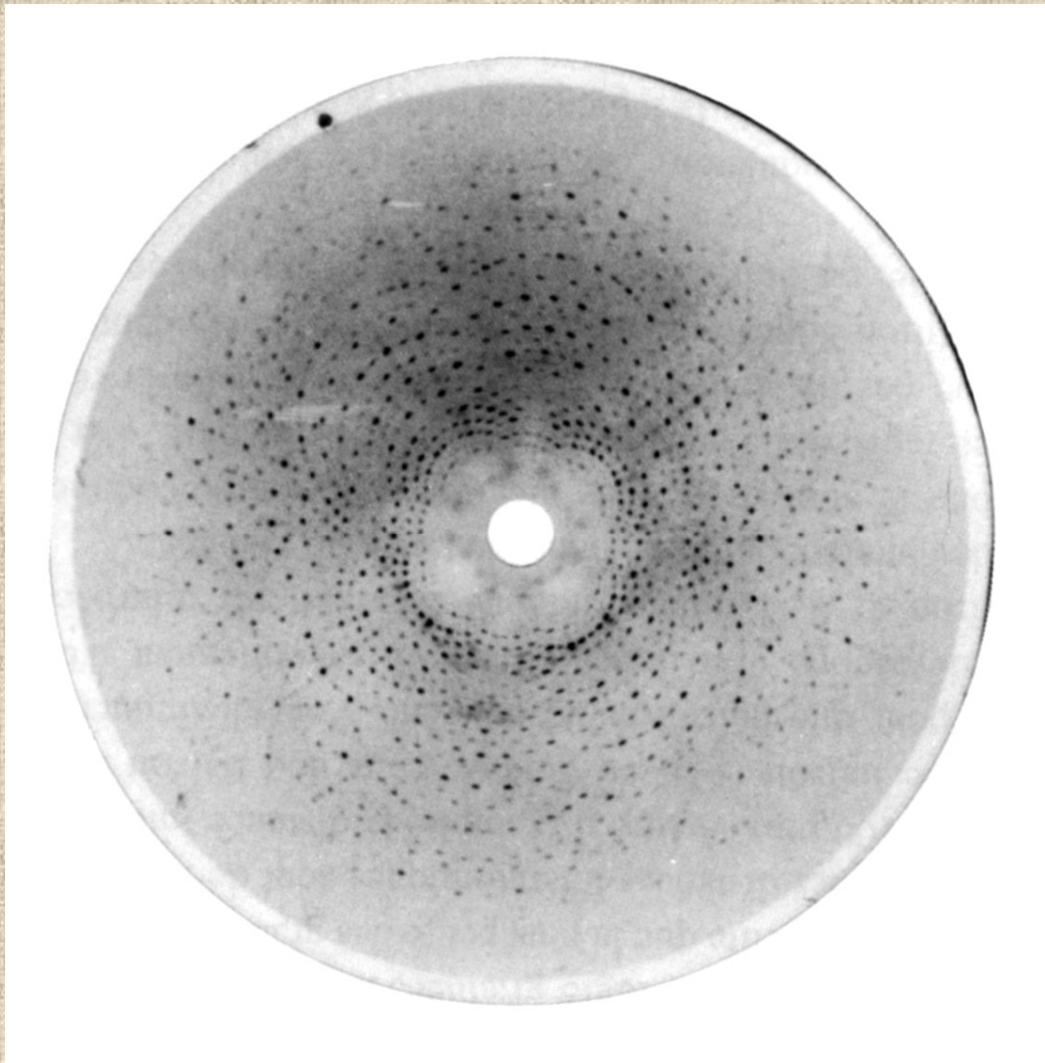
- Рентген (1901) • Лоренц / Зееман (1902)
- Беккерель / П. Кюри / М. Кюри (1903) • Рэлей (1904)
- Ленард (1905) • Томсон (1906) • Майкельсон (1907)
- Липпман (1908) •Маркони / Браун (1909)
- Ван-Дер-Ваальс (1910) • Вин (1911) • Дален (1912)
- Камерлинг-Оннес (1913) • фон Лауэ (1914)
- У. Г. Брэгг / У. Л. Брэгг (1915) • Баркла (1917)
- Планк (1918) •Штарк (1919) • Гийом (1920)
- Эйнштейн (1921) • Н. Бор (1922) • Милликен (1923)
- М. Сигбан (1924) • Франк / Герц (1925)

Открытие дифракции рентгеновских лучей (1912 г.)

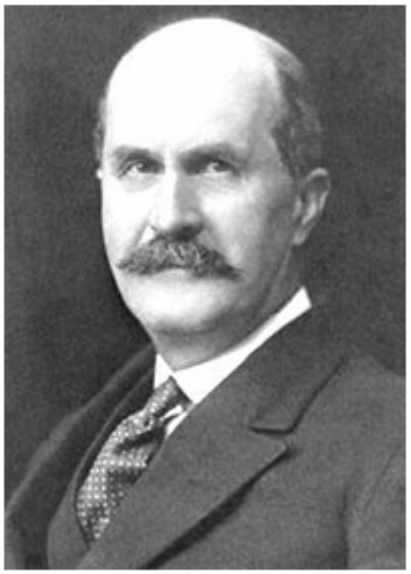
Лауэ Макс Теодор Феликс фон (*Max von Laue*; 9 октября 1879, Кобленц, Германская империя — 24 апреля 1960, Западный Берлин) — немецкий физик, **лауреат Нобелевской премии по физике в 1914 г. «за открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах».**

Изучения рассеяния излучения на объекте – метод исследование структуры материалов

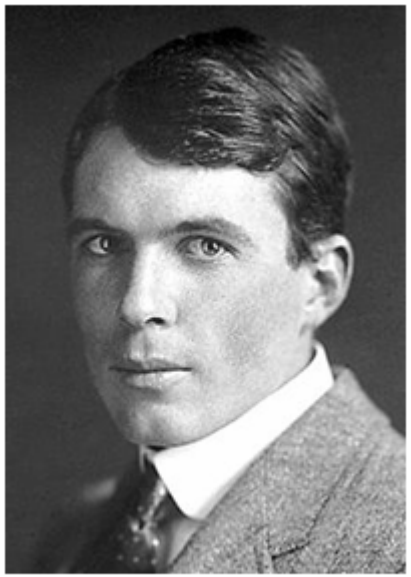




Это во-первых неразрушающий метод исследования !!!



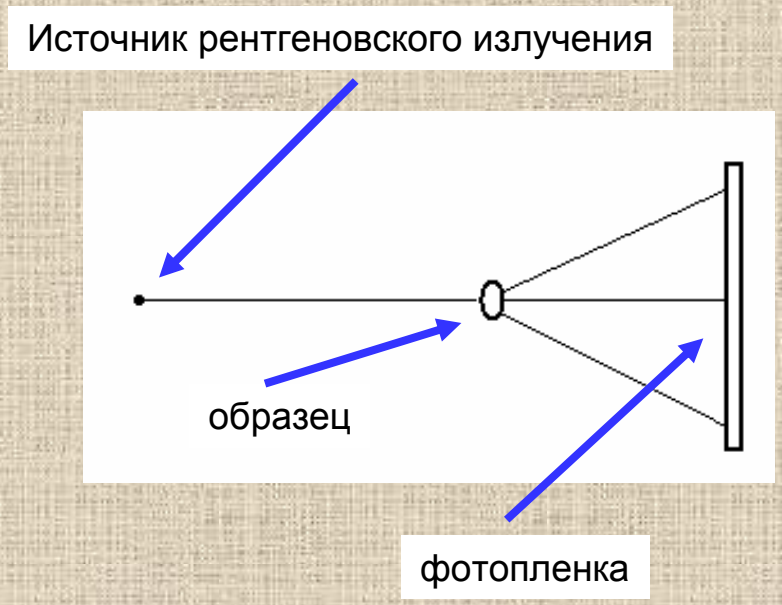
Уильям Генри Брэгг

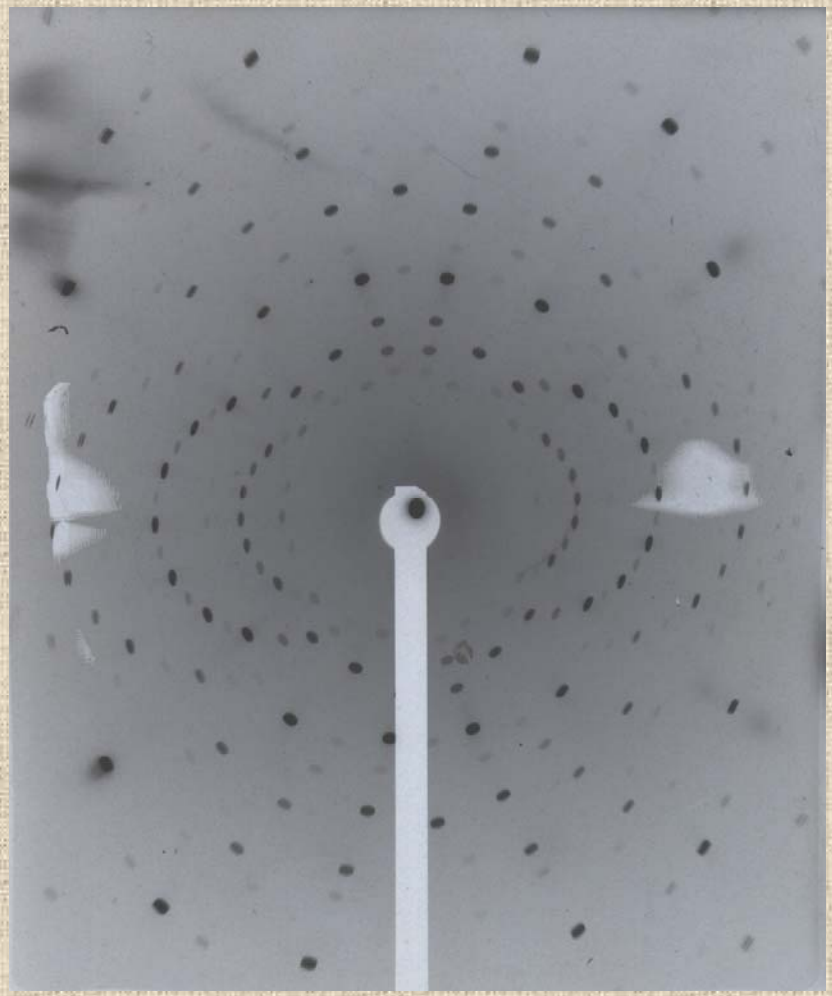


Уильям Лоуренс Брэгг

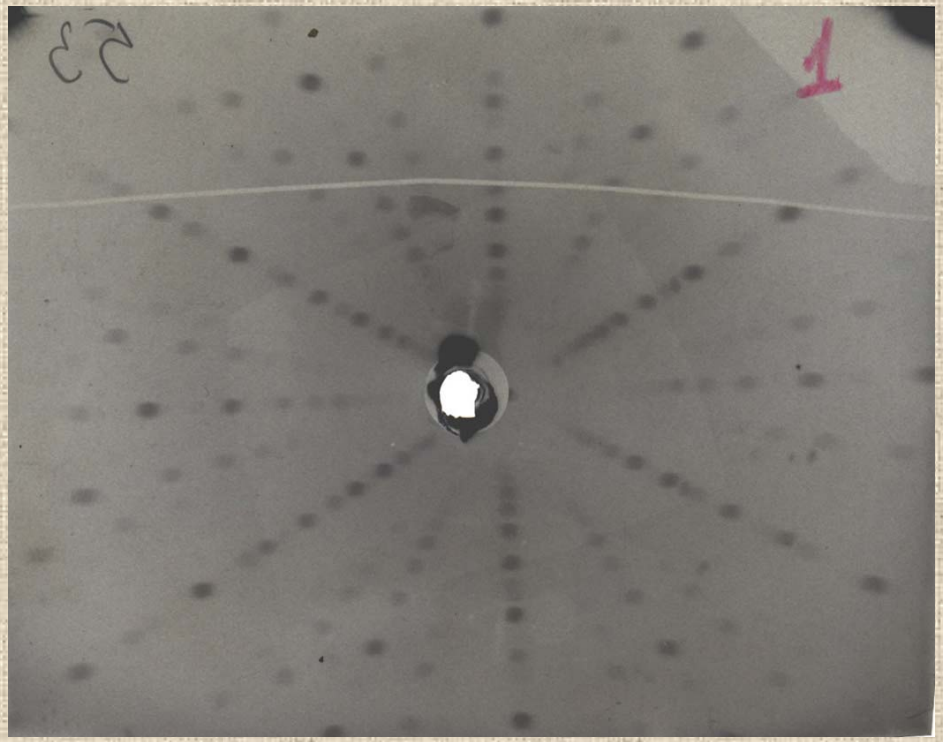
Уильям Генри Брэгг и
Уильям Лоренс Брэгг (отец и сын)
получили Нобелевскую премию
по физике, 1915,
за создание метода рентгеноструктурного анализа материалов

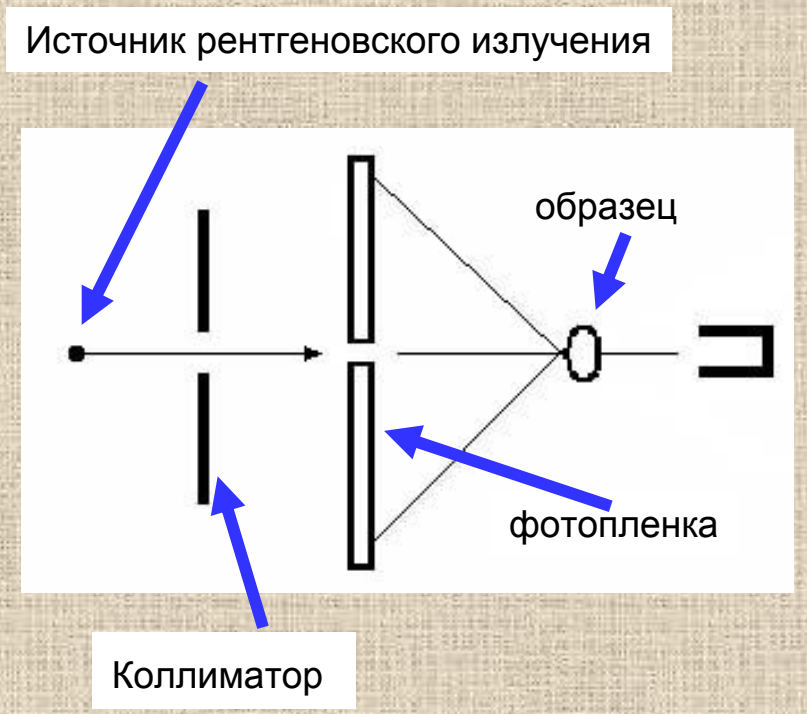
Пример Лауэграммы снятой на просвет



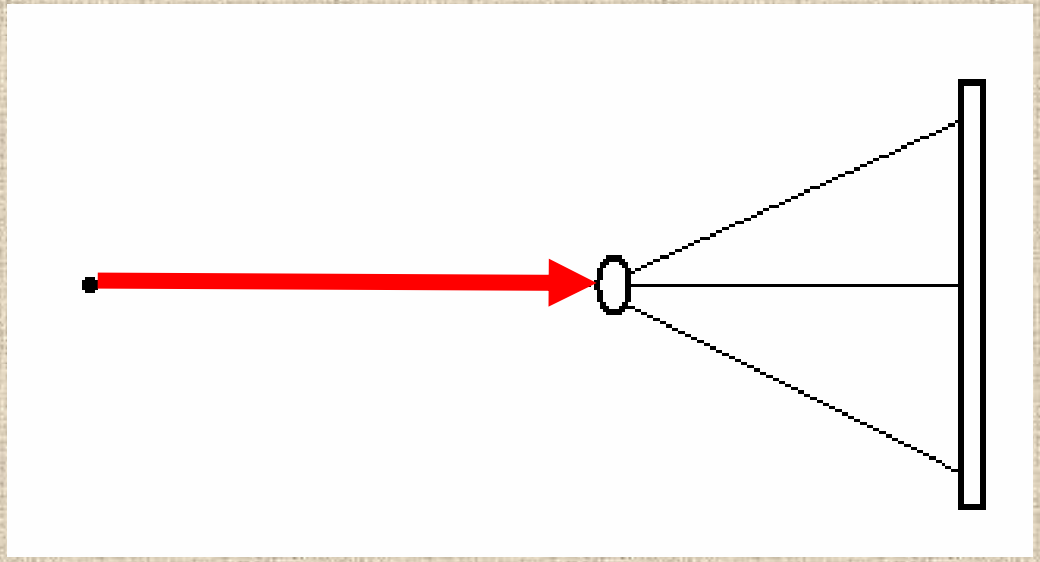


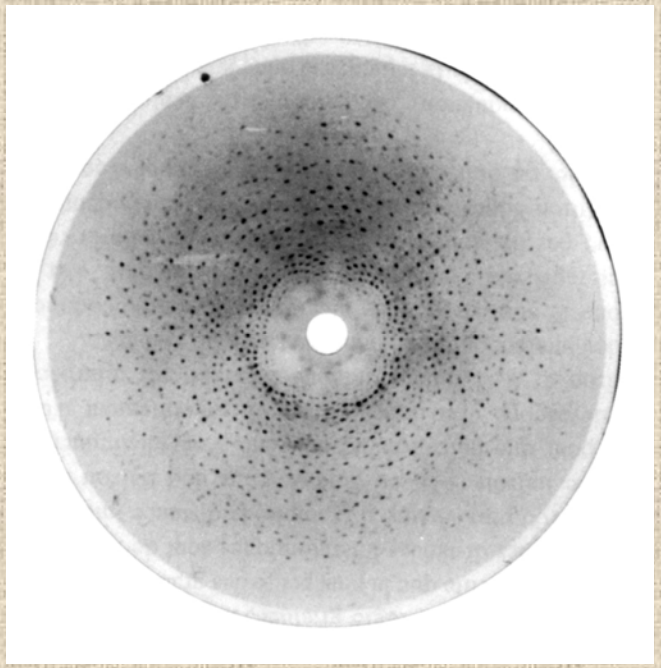
Пример Лауэграммы снятой на отражение (эпиграмма)



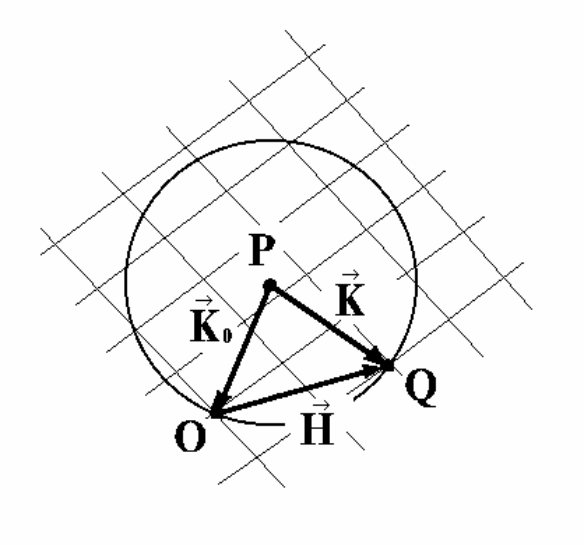


Источники информации в структурном анализе





1. Геометрия дифракционной картины → **Элементарная ячейка кристалла, Параметры *a, b, c,* α, β, γ, симметрия решетки**

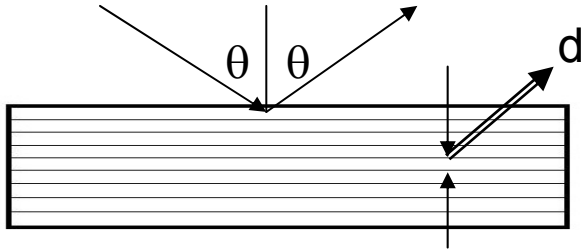


$$\mathbf{s} - \mathbf{s}_0 / \lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K} - \mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

Уравнение Брегга-Вульфа



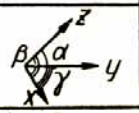
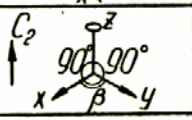
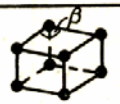
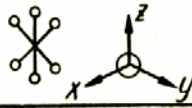
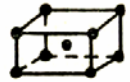
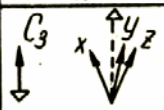
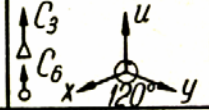
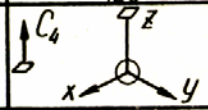
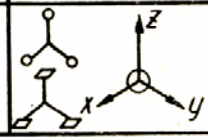
$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

θ–угол дифракции; d-расстояние между плоскостями

Гео́ргий (Ю́рий) Ви́кторович Вульф (1863 — 1925) — советский кристаллограф, член-корреспондент РАН (1921).
В 1913 открыл закон интерференции рентгеновских лучей, отражённых атомными плоскостями кристаллов.

Георгий Викторович Вульф родился в 1863 г. в Чернигове. Окончил мужскую классическую гимназию в Варшаве в 1881 г. и поступил в Варшавский университет, на естественное отделение физико-математического факультета. По окончании университета в 1885 г. он был оставлен при университете на кафедре минералогии, где занимался изучением теплоемкости минералов. В 1888 г. он переезжает в Петербург, где работал в Минералогическом кабинете Петербургского университета. Возвратившись в Варшаву в1990 г., Георий Викторович открыл приватдоцентский курс по кристаллографии, защитил дессертацию «Свойства некоторых псевдосимметрических кристаллов». В 1895 г. им была закончена и опубликована работа «К вопросу о скоростях роста и растворения кристаллических граней», которую он представил на физико-математический факультет как диссертацию на степень доктора минералогии и геогнозии. В 1897 г. он был назначен профессором в Казанский университет, откуда в начале 1899 г. перешел в Варшавский университет на кафедру минералогии. С 1907 г. Георгий Викторович Вульф перенес свою деятельность в Москву. Здесь он стал приватдоцентом Московского университета, в котором благодаря вниманию проф. В. И. Вернадского он получил возможность основать в помещении Минералогического института свою лабораторию. В настоящее время это Минералогический музей Московского университета (27 этаж главного здания на Воробьевых горах).

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ (СИНГОНИИ) И РЕШЕТКИ БРАВЭ

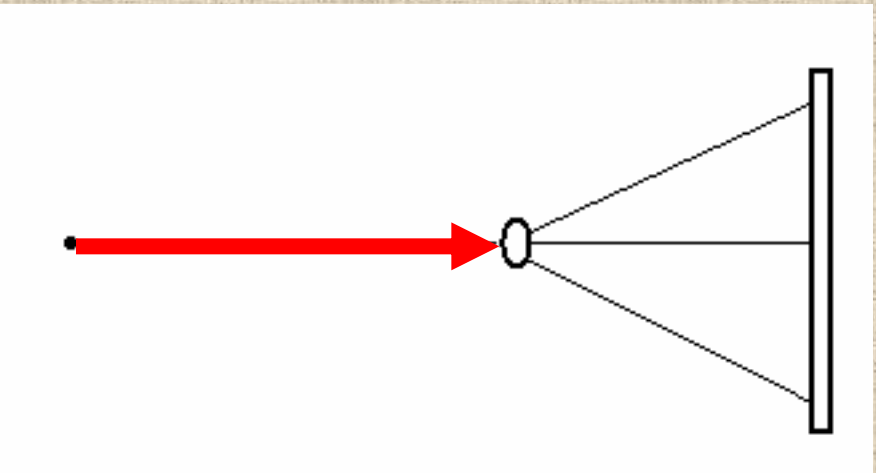
N	Кристаллическая система (сингония)	Главная ось симметрии	Обозначение	Расположение осей симметрии и направление осей координат	Элементарная ячейка, ее ребра и углы	Решетки Бравэ			
						Простые (примитивные) [[000]] z=1	Сложные		
							базо-центр. [[000; 1/2 1/2 0]] z=2	объемно-центр. [[000; 1/2 1/2 1/2]] z=2	гране-центр. [[000; 1/2 1/2 0; 1/2 0 1/2; 0 1/2 1/2]] z=4
1	Триклинная	C_1	tr		Косоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha \neq \beta \neq \gamma$	Γ_{tr}	—	—	—
2	Моноклинная	C_2	m		Прямая призма, в ее основании параллелограмм $a \neq b \neq c$, $\alpha = \gamma = 90° \neq \beta$	 Γ_m	—	Γ_m'	
3	Ромбическая	$3C_2$ *	o		Прямоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_o	Γ_o'	 Γ_o''	Γ_o'
4	Ромбоэдрическая	C_3	rh		Ромбоэдр $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	Γ_{rh}	—	—	—
5	Гексагональная	C_3 ** или C_6	h		Прямая призма, в ее основании правильный ромб $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = 90° = \gamma = 120°$	Γ_h	—	—	—
6	Тетрагональная	C_4	t		Квадратная призма $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_t	—	Γ_t'	
7	Кубическая	$3C_2$ *** или $3C_4$	c		Куб $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_c	—	Γ_c'	Γ_c''

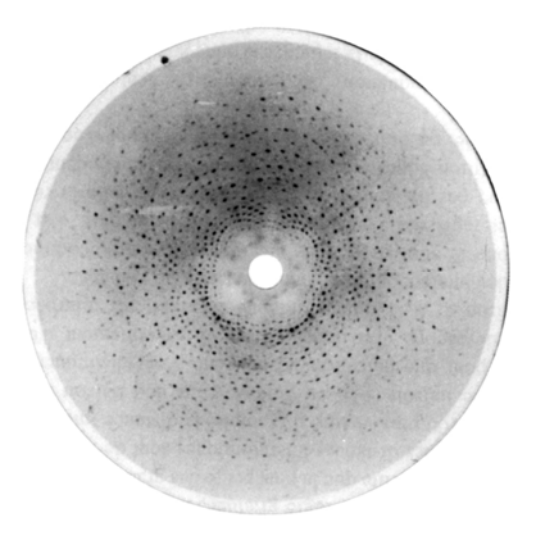
*) Оси симметрии неэквивалентны

**) В отличие от ромбоэдрических кристаллов здесь основные трансляции перпендикулярны к главной оси

***) Оси симметрии эквивалентны

Источники информации в структурном анализе



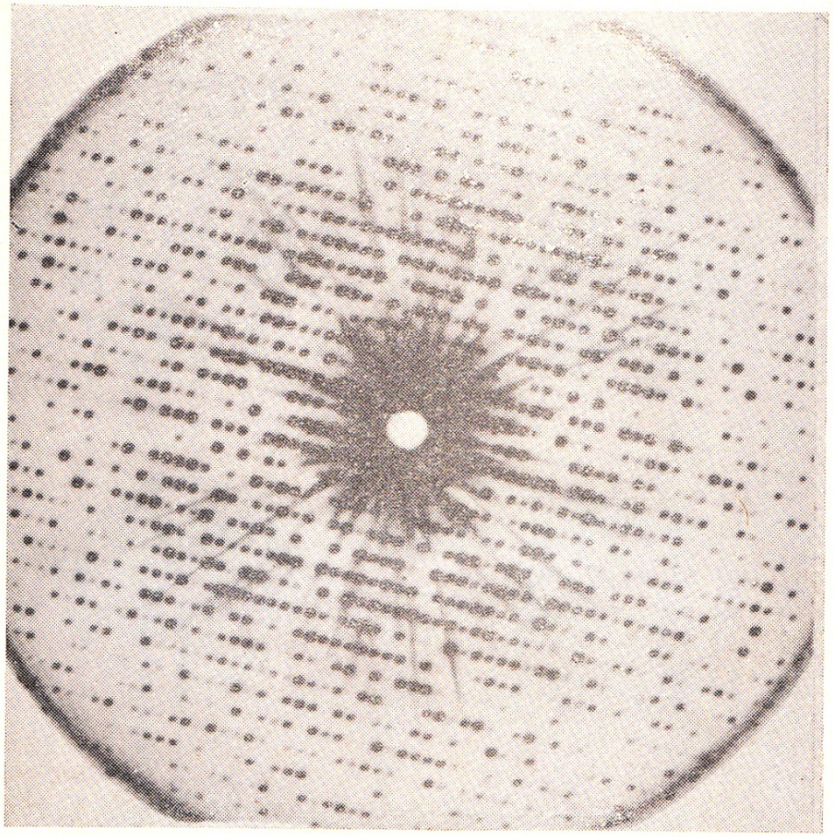


1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

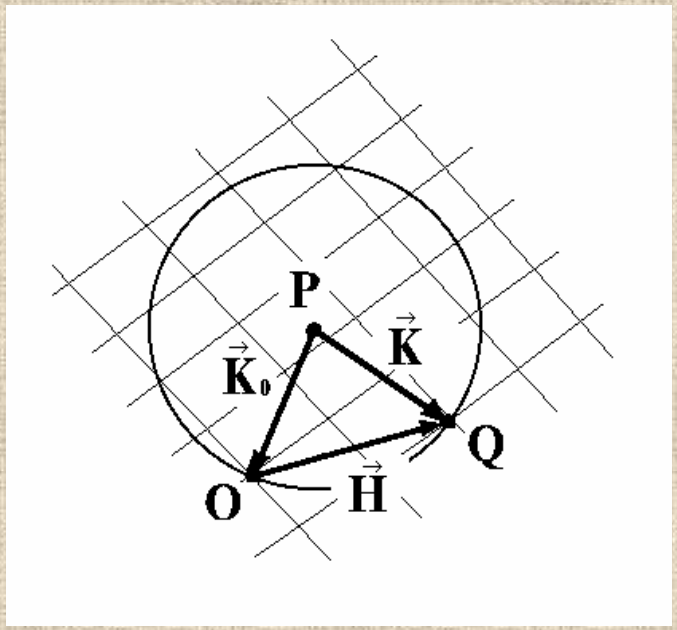
Классический структурный анализ



Рентенограмма кристалла миоглобина, полученная методом прецессии (КФОР). Представлен один из слоев неискаженной обратной решетки. Радиальные полосы возникают за счет того, что рентгеновские лучи не строго монохроматичны (имеется фон белого излучения).
В результате дифракционные пятна несколько размыты в радиальном направлении.

Современный рентгеновский дифрактометр – прибор предназначенный для сбора дифракционных данных о веществе

Классический структурный анализ



$$\mathbf{s} - \mathbf{s}_0 / \lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K} - \mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

$F(\mathbf{H})$ - амплитуды рассеянных волн; $e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$ - Фазы рассеянных волн

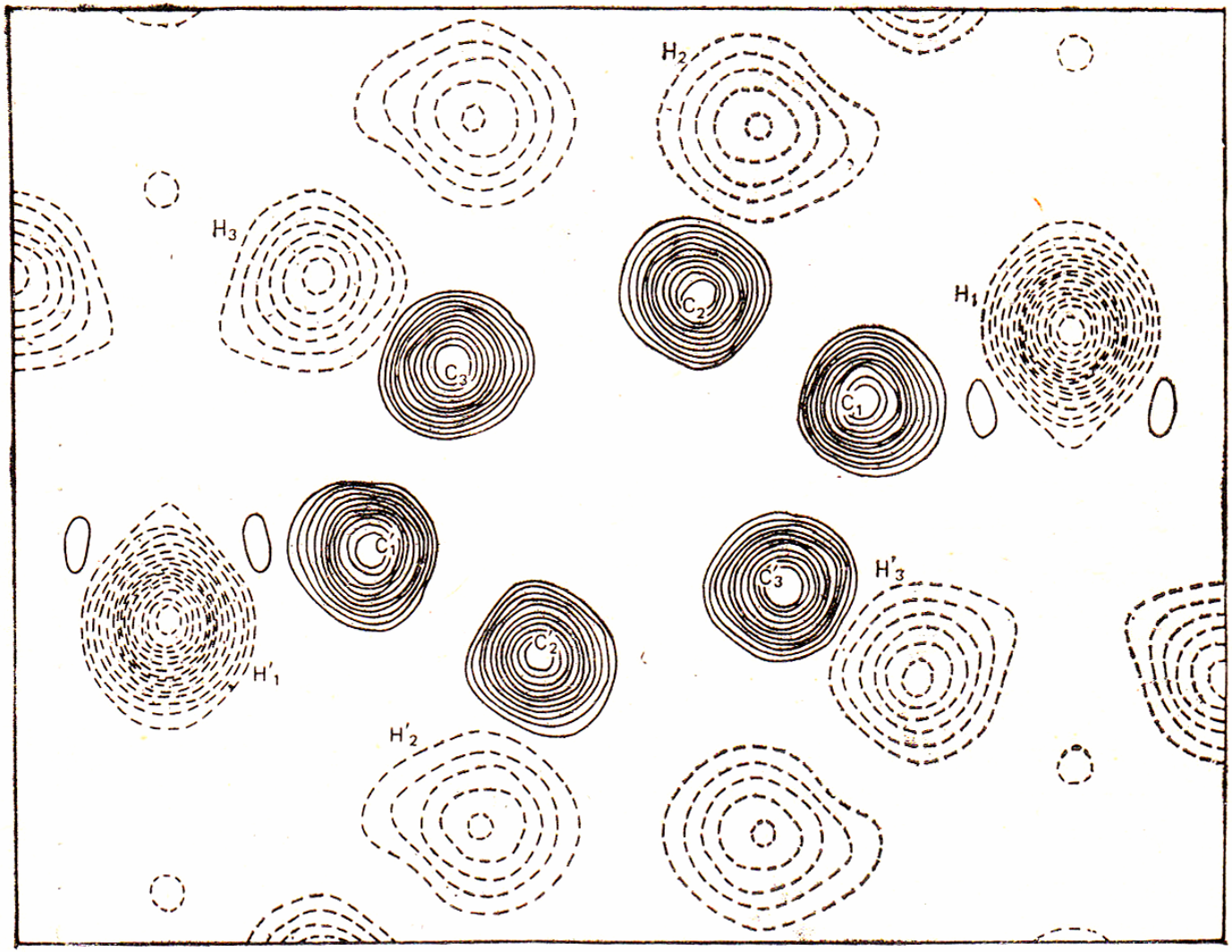
$I(h,k,l) = F^2(\mathbf{H})$ - Измеряемая в эксперименте интенсивность дифракционных рефлексов

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

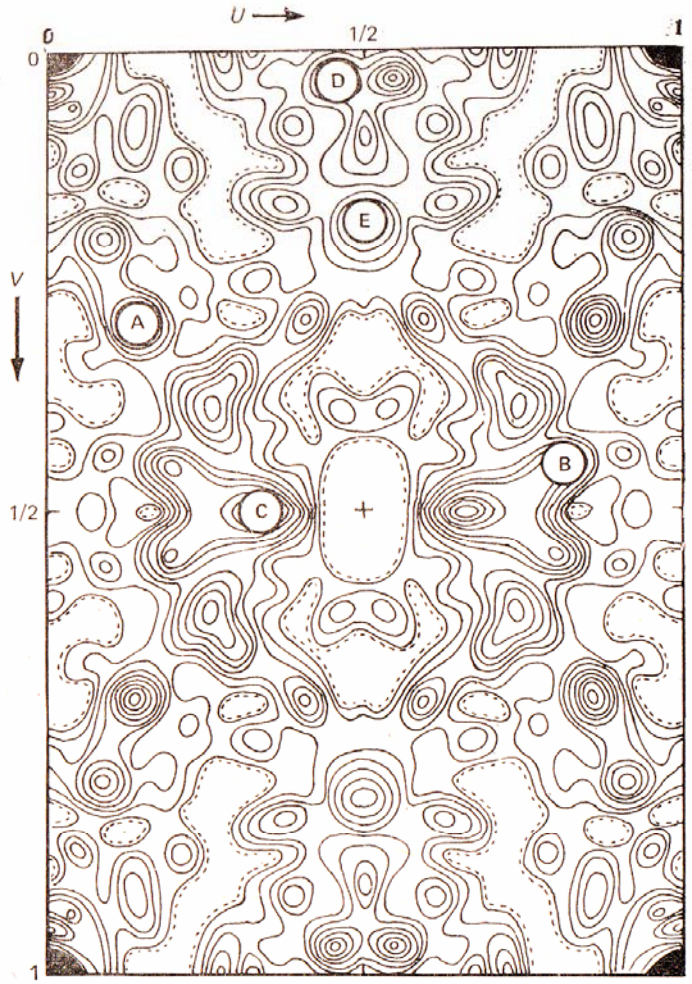
$$\sin\theta = \lambda \cdot \frac{1}{d}$$

Для кубической системы

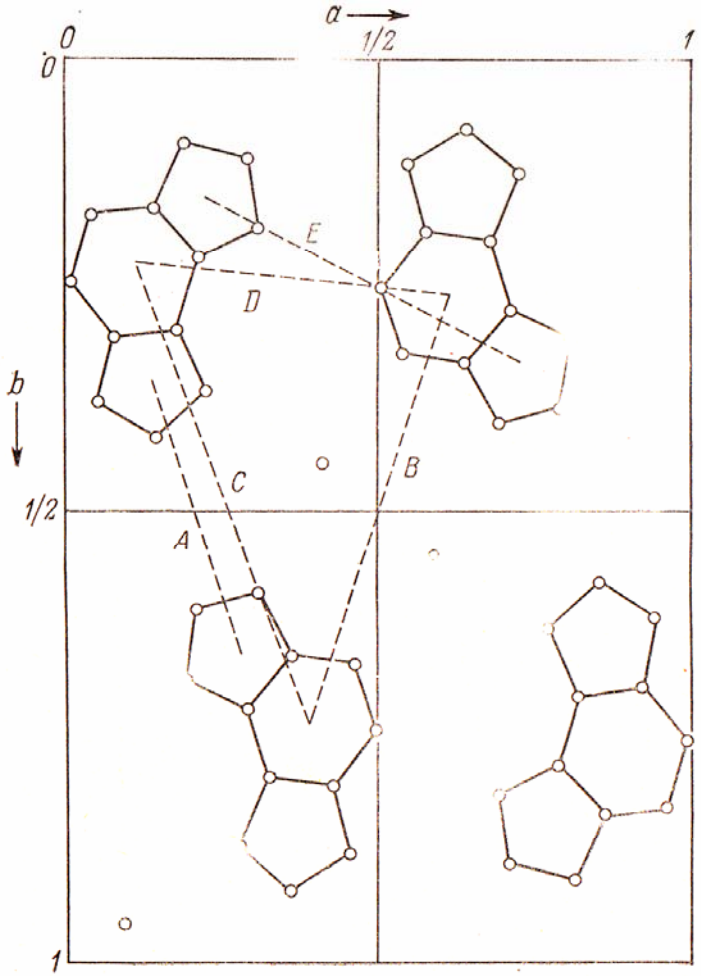
$$\frac{1}{d} = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a}$$



Распределение электронной плотности в элементарной ячейке кристалла бензола спроецированное на плоскость (001). Синтез электронной плотности сделан на дифракции нейтронов. Положительная плотность (атомы углерода С) обозначена сплошными линиями, отрицательная плотность (положиения атомов водорода Н) – пунктиром. Плоскость бензольного кольца не перпендикулярна направлению проекции.

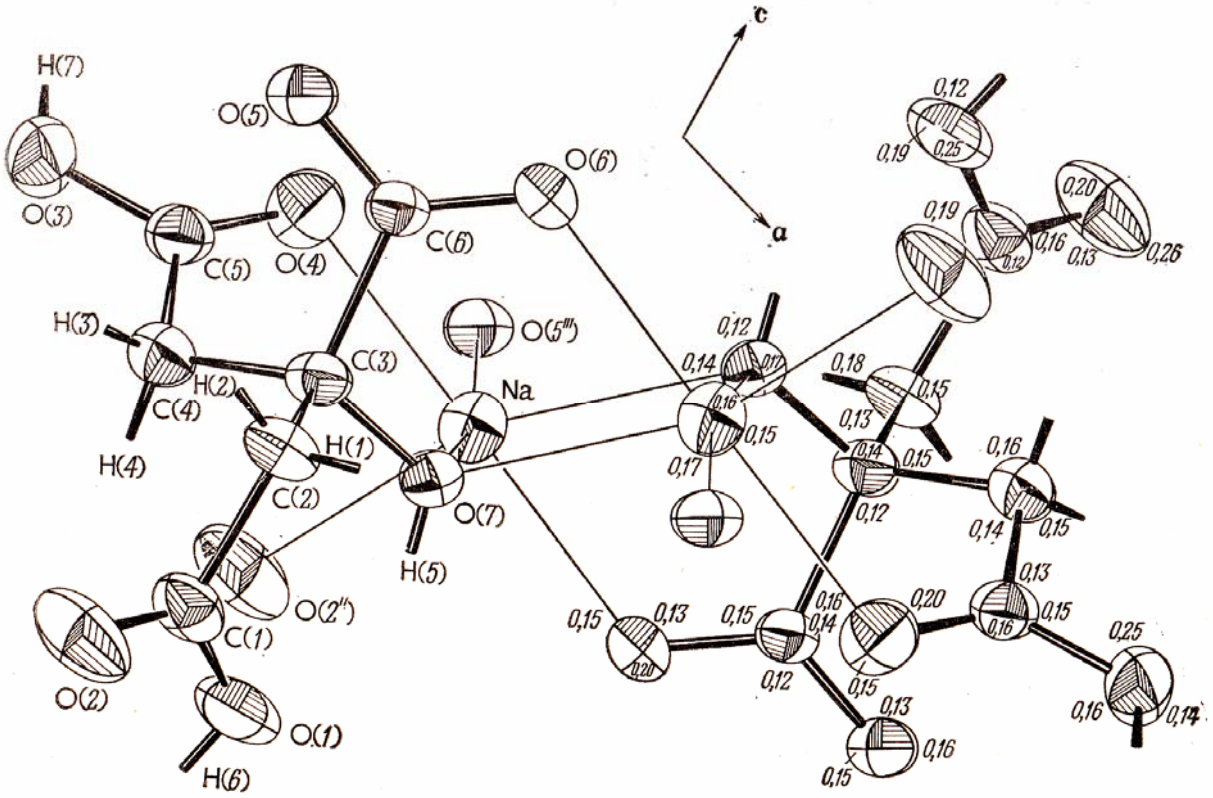


a

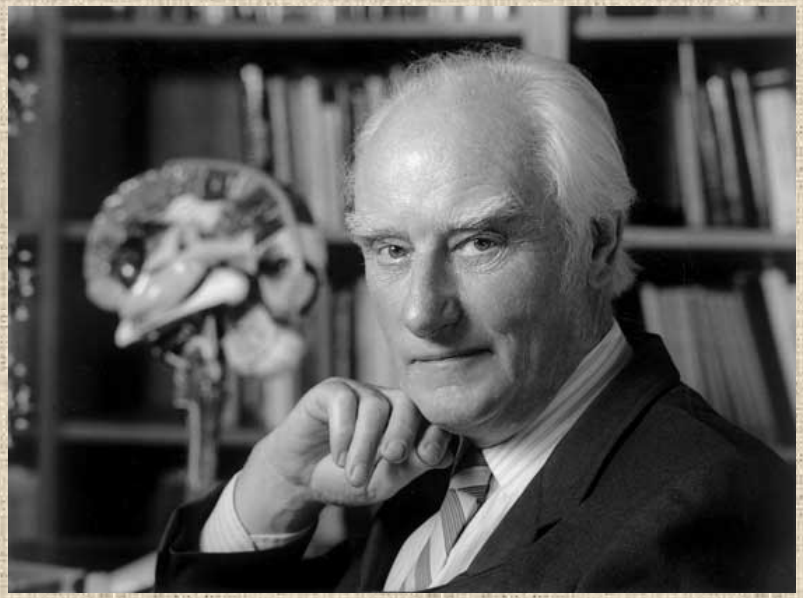


b

(a) - Двумерная паттерсоновская карта P(UV) азидопурина и ее интерпретация – (b)



Колебательные движения атомов внутри молекулы дигидроцитрата натрия. Анизотропные движения атомов описывается тепловыми эллипсоидами. На рисунке показаны два иона дигидроцитрата и два иона натрия, сгруппированные около центра симметрии, а также два атома кислорода (O(5) и O(2). Жирными линиями обозначены ковалентные связи, светлые - означают координационные связи атомов кислорода с ионами натрия.
Три числа около эллипсоидов это среднеквадратичные смещения атома (Å) вдоль трех осей эллипсоида.



В 1962 Френсис Крик с Дж. Уотсоном и М. Уилкинсом получили Нобелевскую премию по физиологии и медицине «за открытие ими молекулярной структуры нуклеиновых кислот и ее значения в передаче информации в живой материи».

Открытие структуры нуклеиновых кислот сразу же подтолкнуло химиков-синтетиков к попытке создать их «в пробирке». Уже в 1955 это удалось С.Очоа в отношении РНК и в 1957-м – А.Корнбергу в отношении ДНК. Нобелевскую премию они получили даже раньше (1959), чем Крик, Уотсон и Уилкинс.
Работы Уотсона, Крика и Уилкинса стали первым толчком к созданию новой области науки – генной инженерии, которая разрабатывала способы направленного воздействия на генетический код, восстановления его поврежденных участков или создания новых сочетаний для синтеза белков заданной структуры. Достижения этой науки используются и для синтеза необходимых гормонов (например, инсулина), ферментов и пищевых белков.

Расшифровка структуры ДНК стала одним из самых крупных открытий в истории науки. Теперь, в начале 21 в., развитие биологии видится отчетливо делящимся на два периода – до и после двойной спирали. Она стала водоразделом, после которого молекулярный подход быстро проник во все области биологии. Это открытие позволило лучше понять такие проблемы, как взаимодействие наследственности и внешней среды, мутации и их последствия для синтеза белка, и, главное, приблизило человечество к пониманию самого происхождения жизни.

ДЕФЕКТЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ, РЕАЛЬНАЯ СТРУКТУРА КРИСТАЛЛОВ

ПОЧЕМУ ЭТО ВАЖНО ЗНАТЬ?

Дефекты в кристаллах

(реальная структура кристаллов)

Практически все полезные свойства кристаллов в той или иной степени связаны с дефектами кристаллической решетки (электрические, магнитные, механические, оптические)

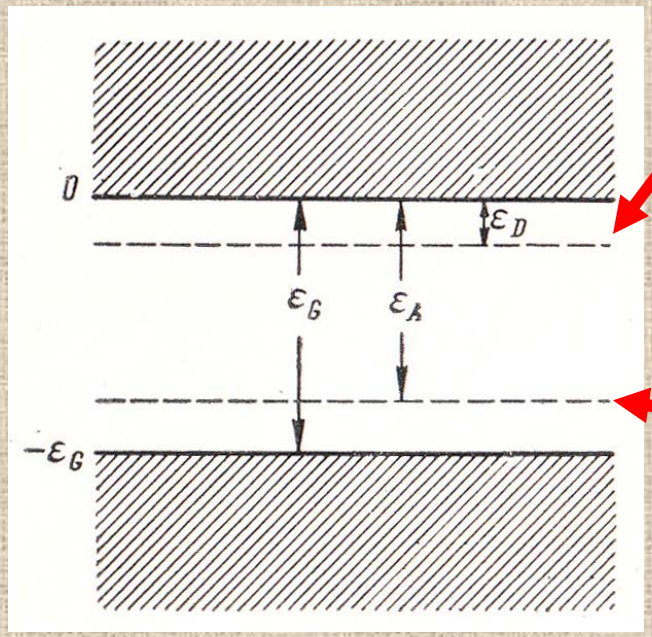
Например электропроводность

E_g >3ev - диэлектрики

E_g - 0,1 - 3,0 ev - полупроводники

E_g < -0,1 ev - металлы

Энергия Ферми (уровень Ферми) это максимальная энергия фермиона в основном состоянии при абсолютном нуле температур.



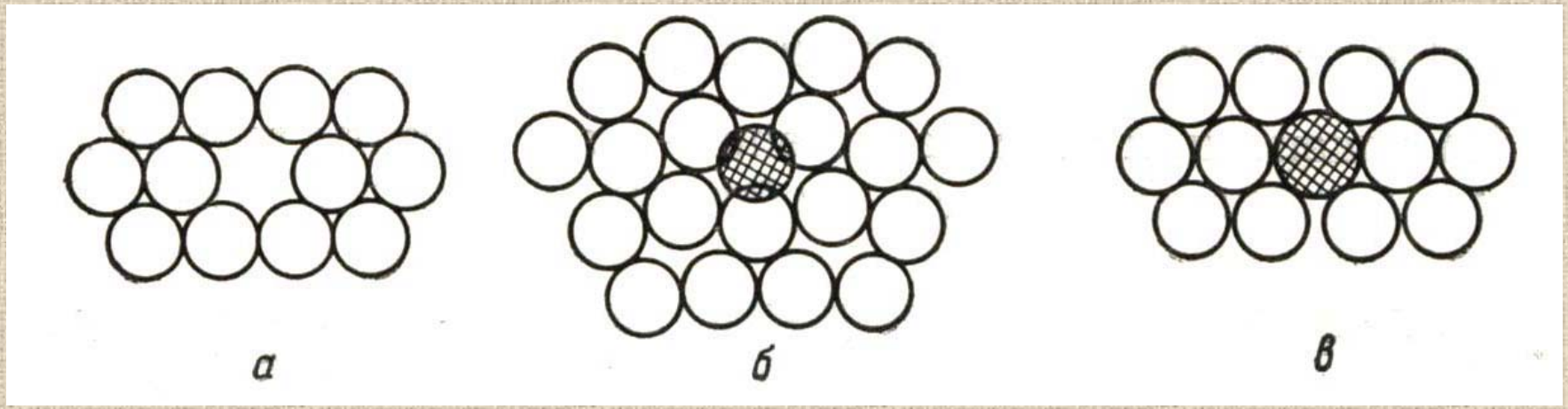
As – мышьяк, P – фосфор – Донорные уровни

Электронная проводимость

In – индий, Al – аллюминий – Акцепторные уровни

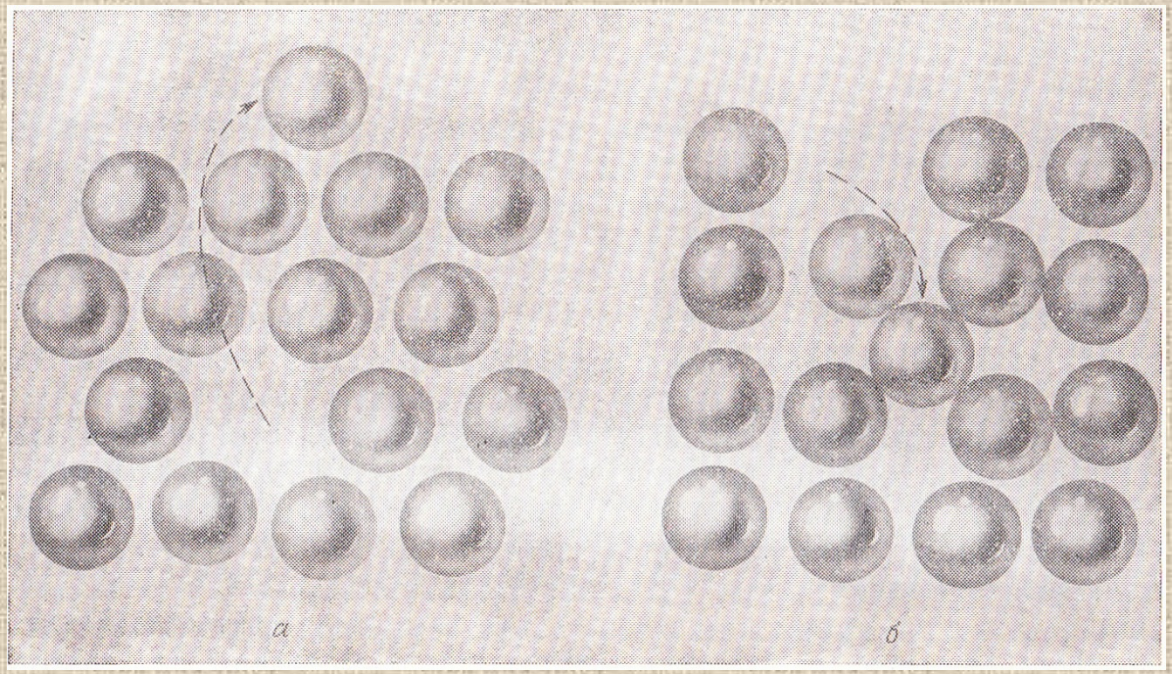
Дырочная проводимость

Точечные дефекты (нуль-мерные дефекты)

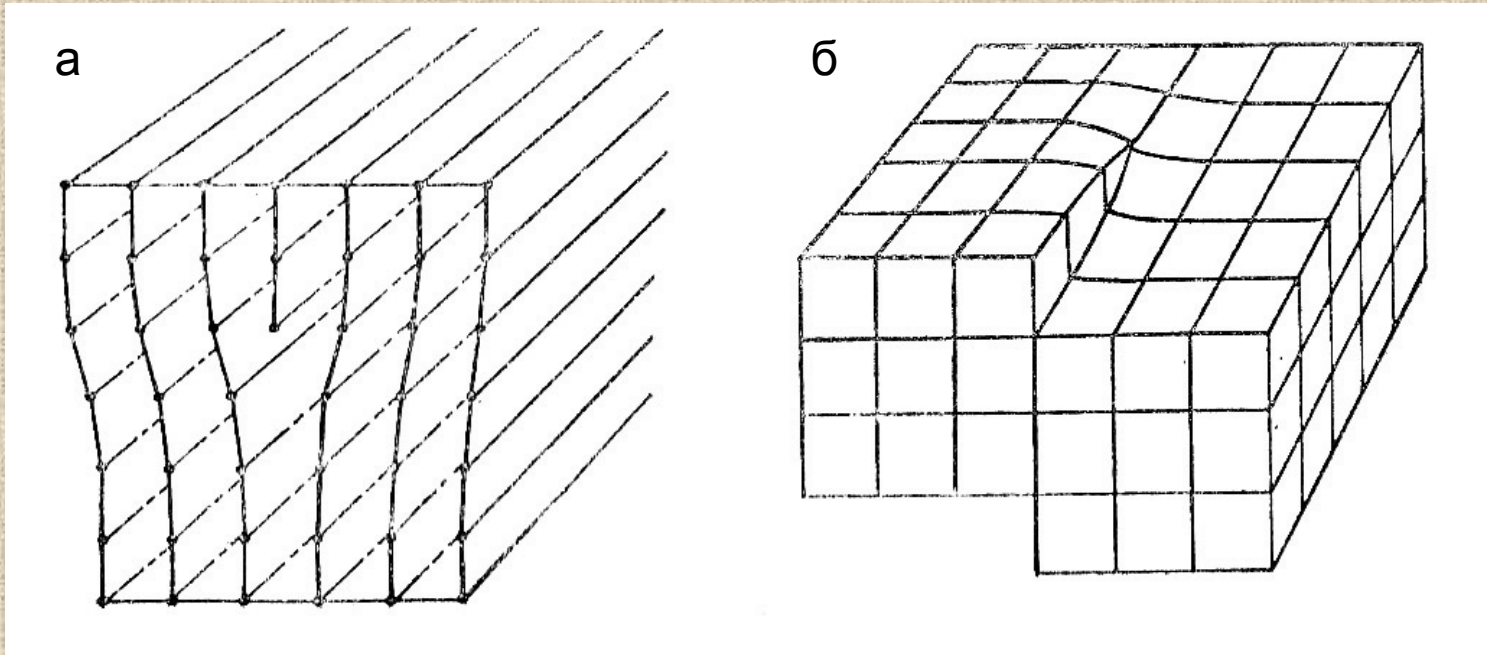


а – вакансия; б –внедренный (междоузельный) атом;
в – внедренный атом инородной примеси

Образование в кристаллической решетке вакансии (а) и междоузельного атома (б)

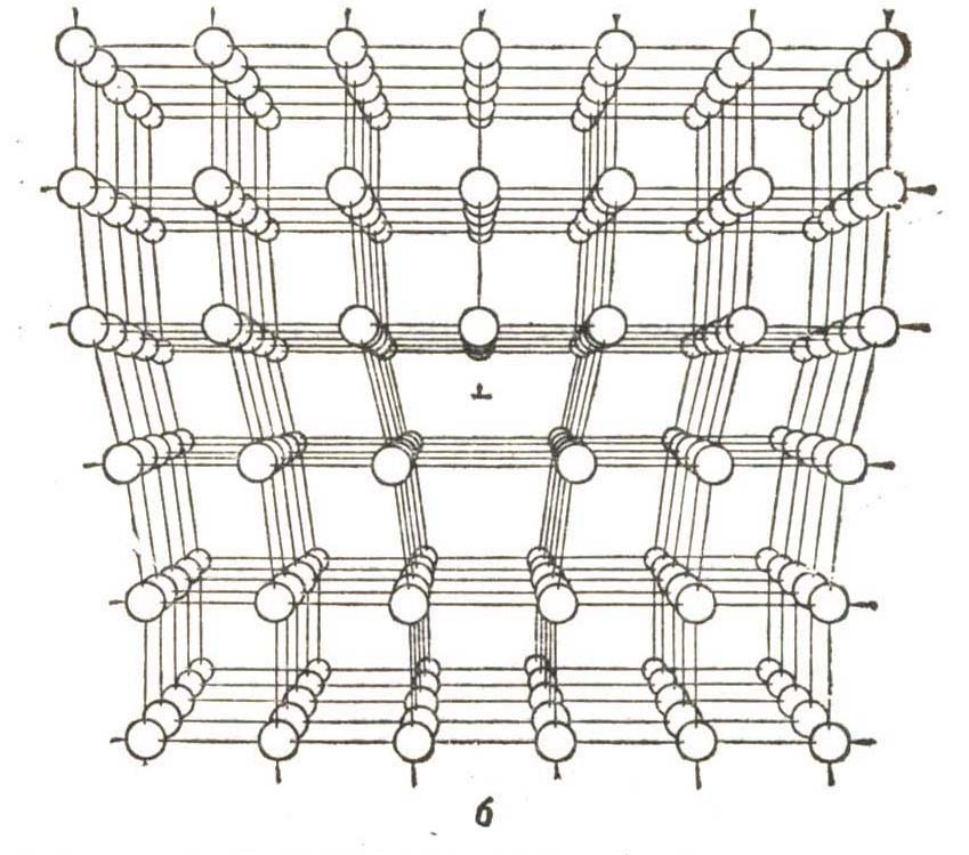


Геометрические модели простых дислокаций (одномерные дефекты)

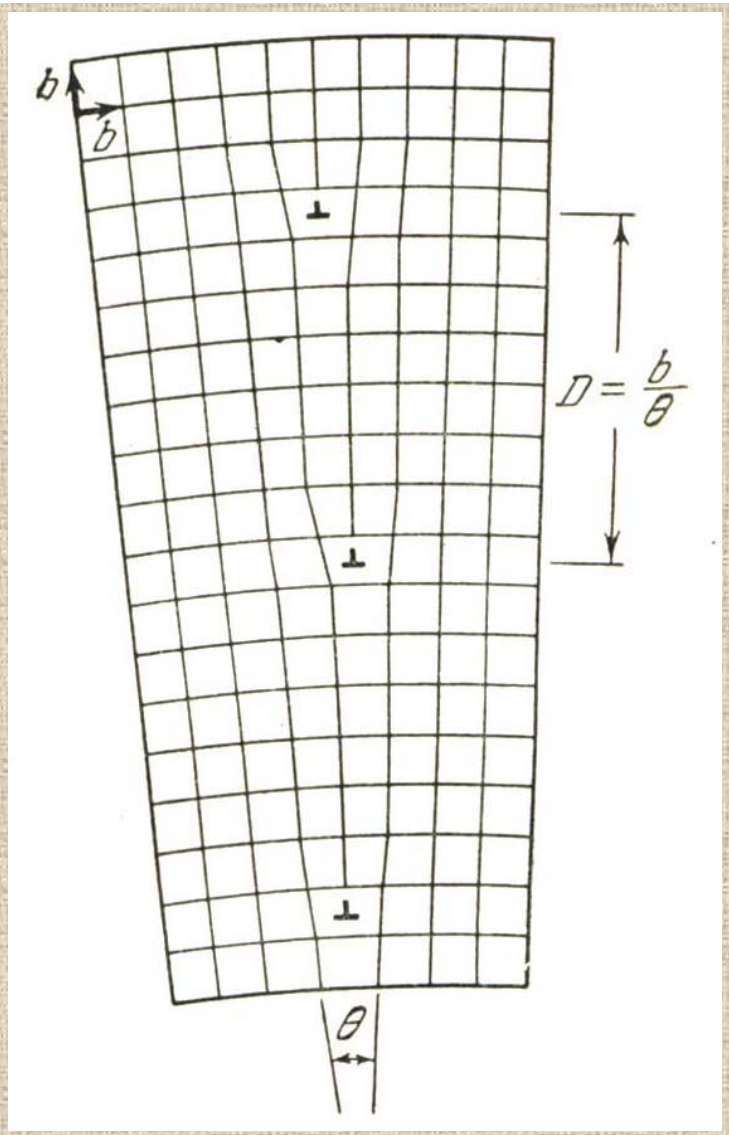


а) – краевая дислокация; б) – винтовая дислокация

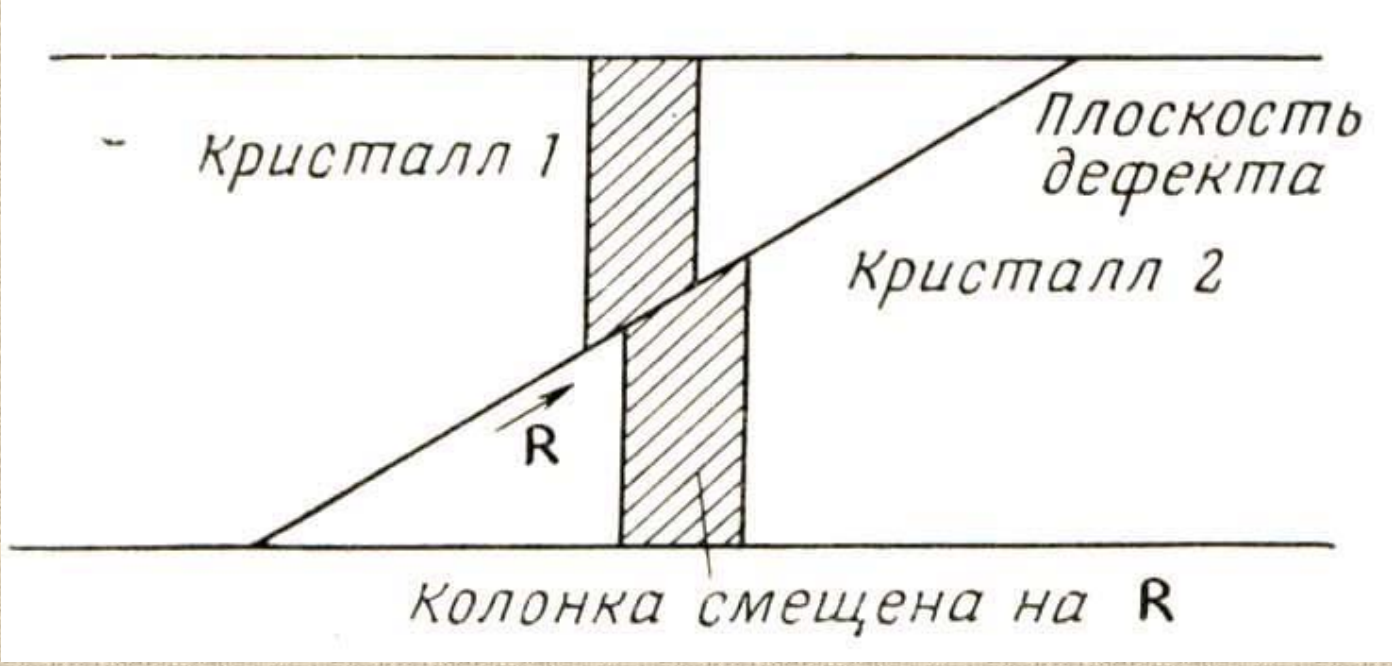
Модель краевой дислокации в кубическом кристалле (одномерные дефекты)

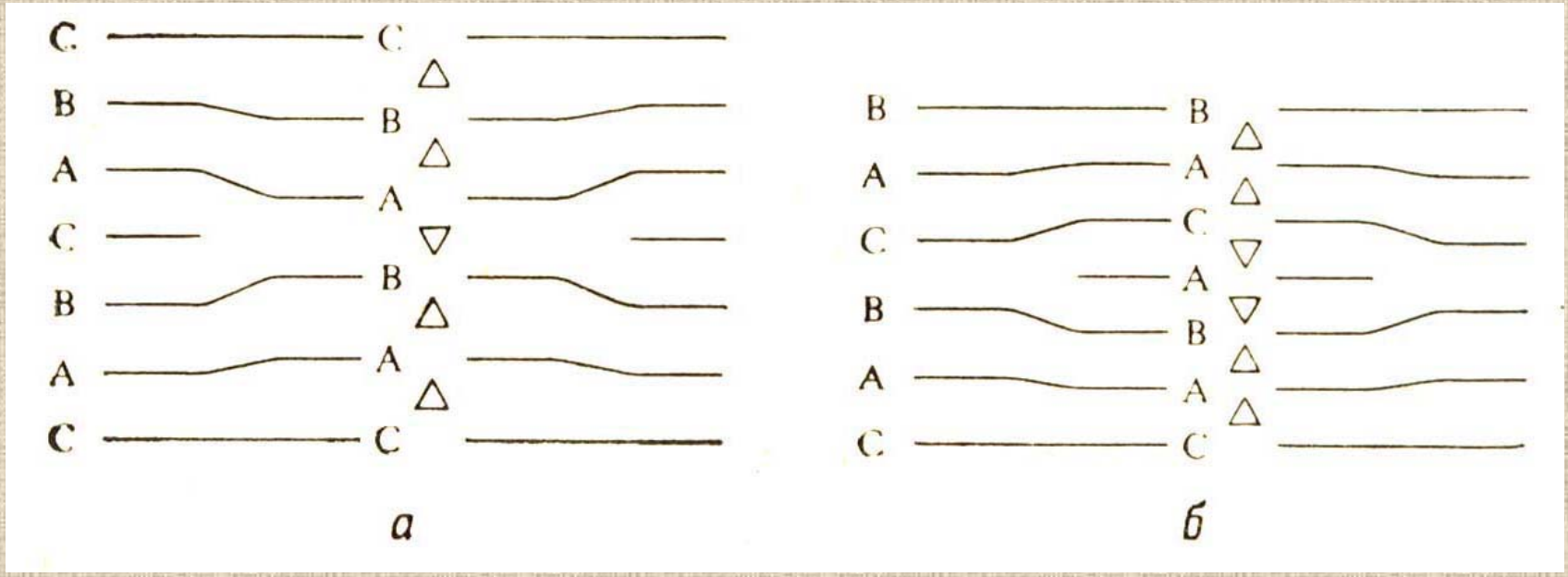


Модель малоугловой межзеренной границы (двух-мерные дефекты)



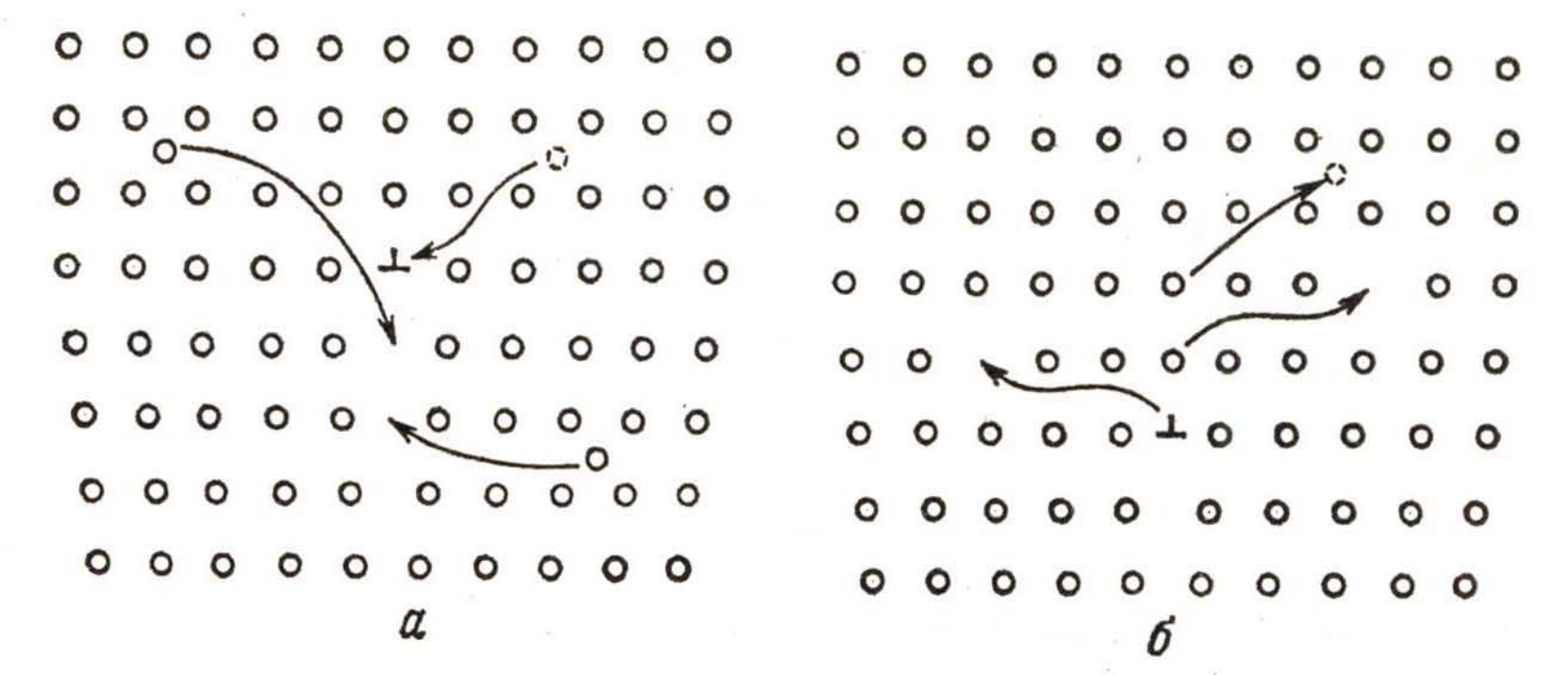
Модель образования сдвигового дефекта упаковки (двух-мерные дефекты)





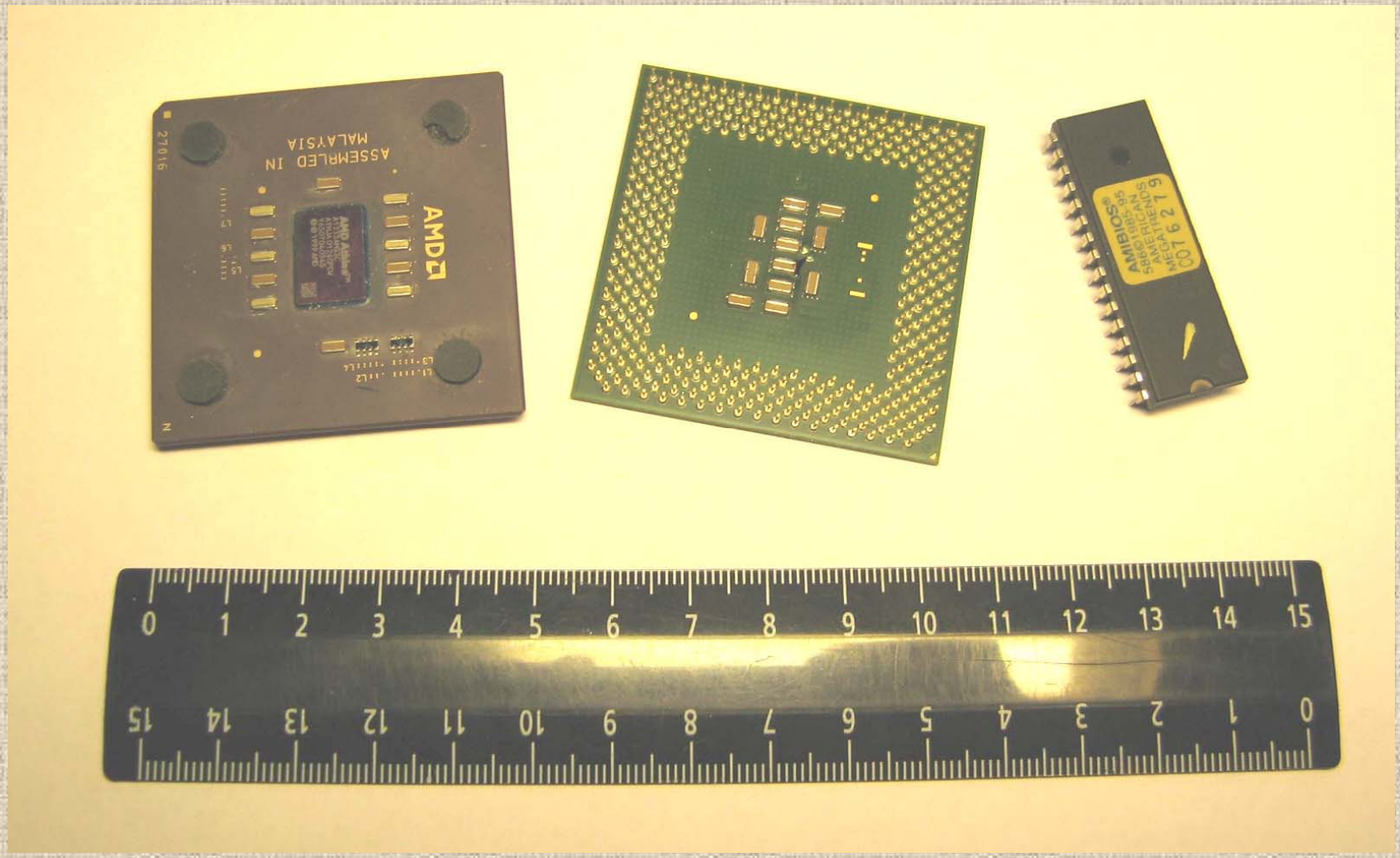
а – вакансионная петля с дефектом упаковки в гцк-металле (показаны следы плоскостей (111) в плоскости нормальной к плоскости петли);
б – петля из избыточных атомов.

Механизм перемещения дислокаций



Переползание дислокаций с помощью добавления (а) или удаления (б) атомов из лишней полуплоскости

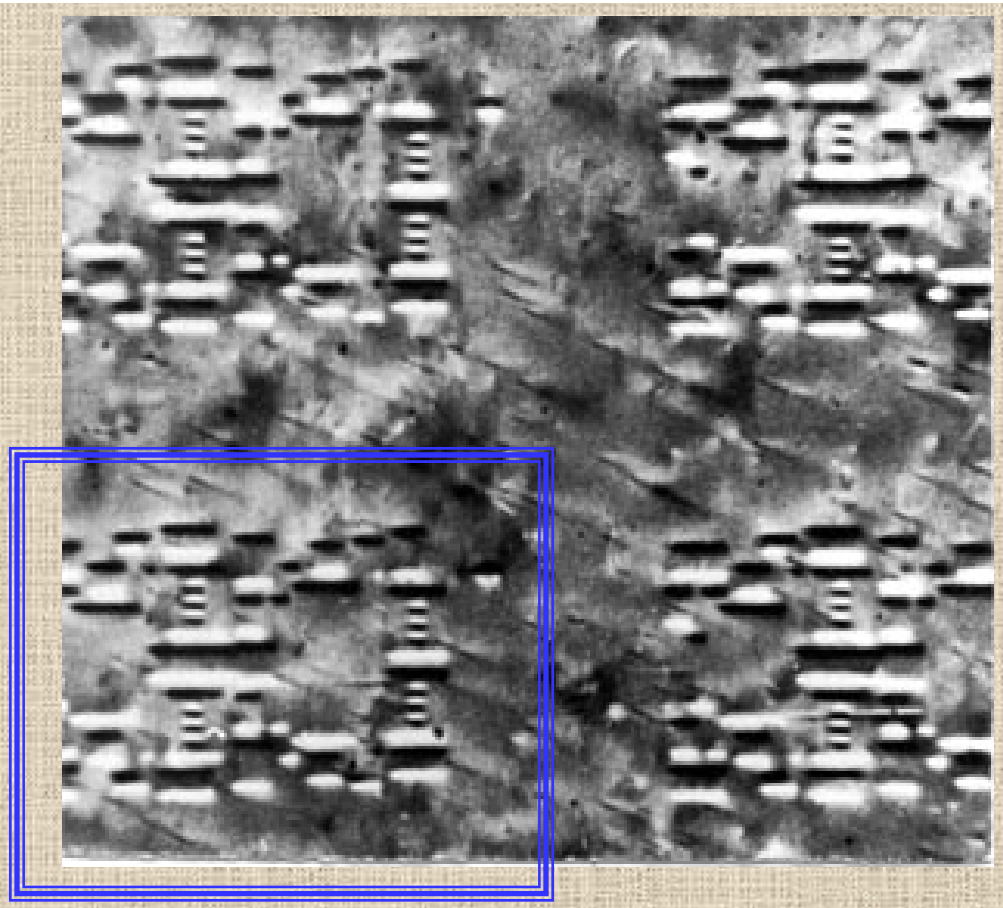
Микросхемы



В современных процессорах плотность монтажа составляет приблизительно 7×10^8 элементов (транзисторов) на площади около 200 мкм^2

Топограмма монокристалла кремния с фрагментом интегральной схемы.

На фотографии наряду с элементами топологии схемы видны дислокационные линии, пересекающие топограмму по диагонали



Литография фрагмента будущей микросхемы

Слитки монокристаллов кремния выращенные по методу Чохральского

1960 г

1980 г

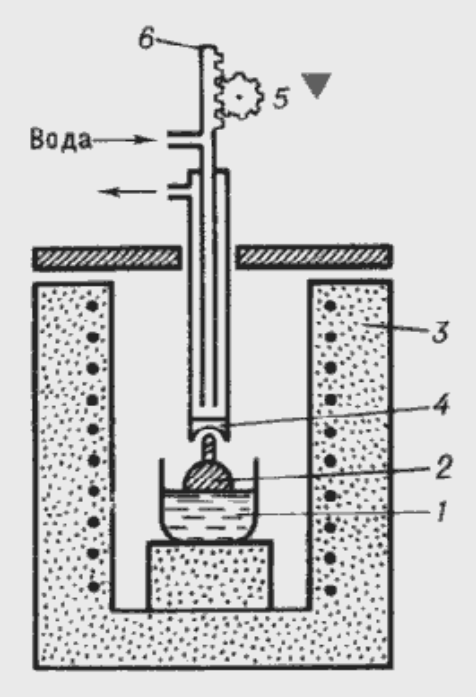
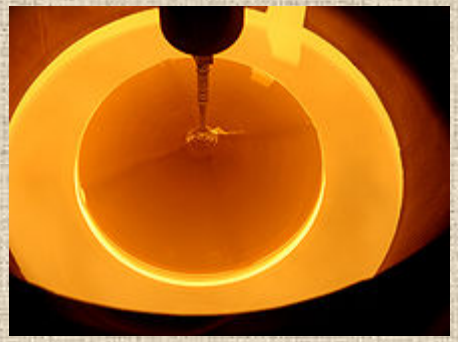


Схема установки для выращивания монокристаллов по методу Чохральского:

1 - тигель с расплавом,
2 - кристалл,
3 - печь,
4 - холодильник,
5,6 - механизм вытягивания.

Кварцевый тигель, заполненный дроблёным кремнием

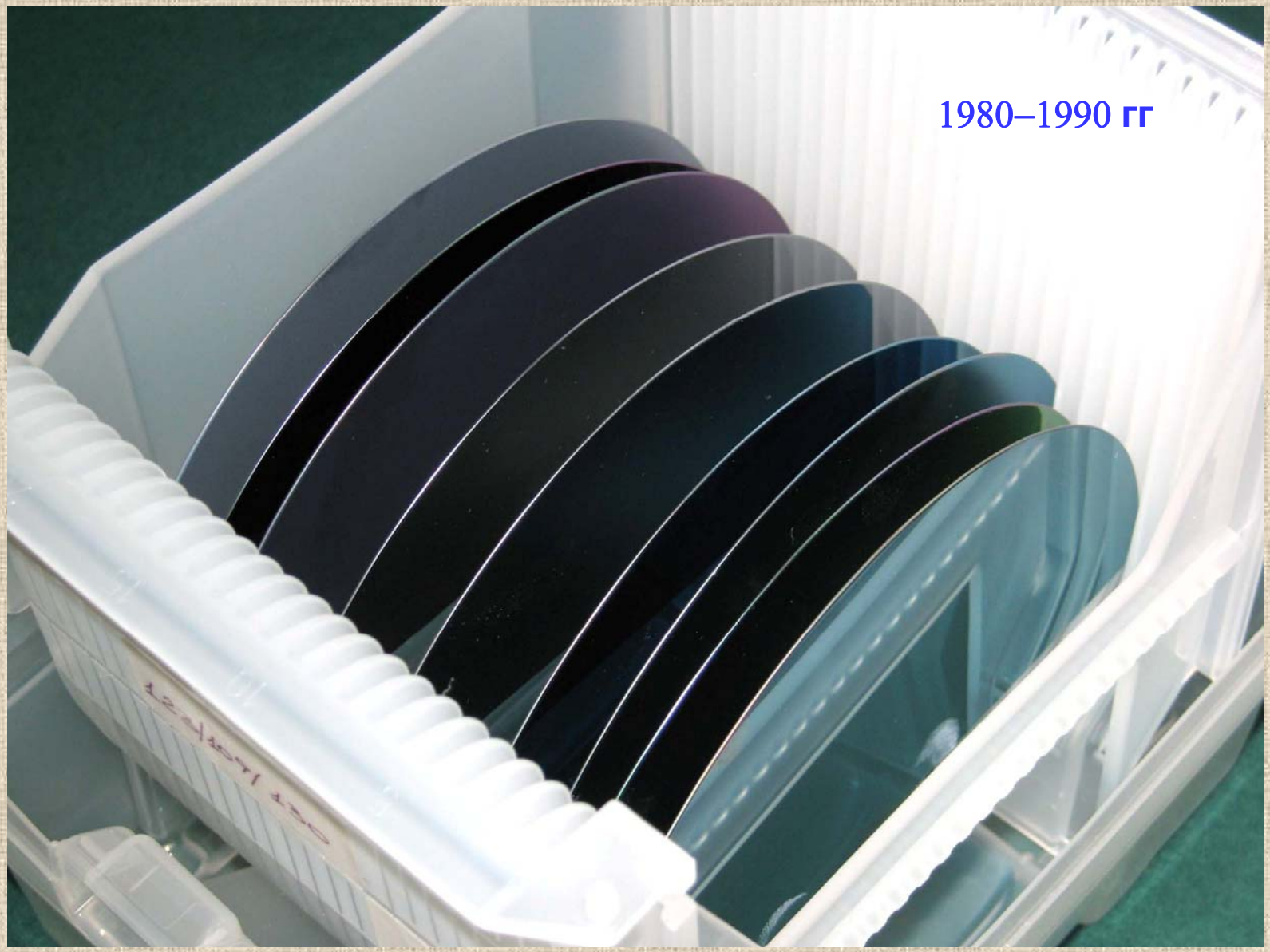


Начальная стадия выращивания цилиндрической части монокристалла кремния в направлении (100)

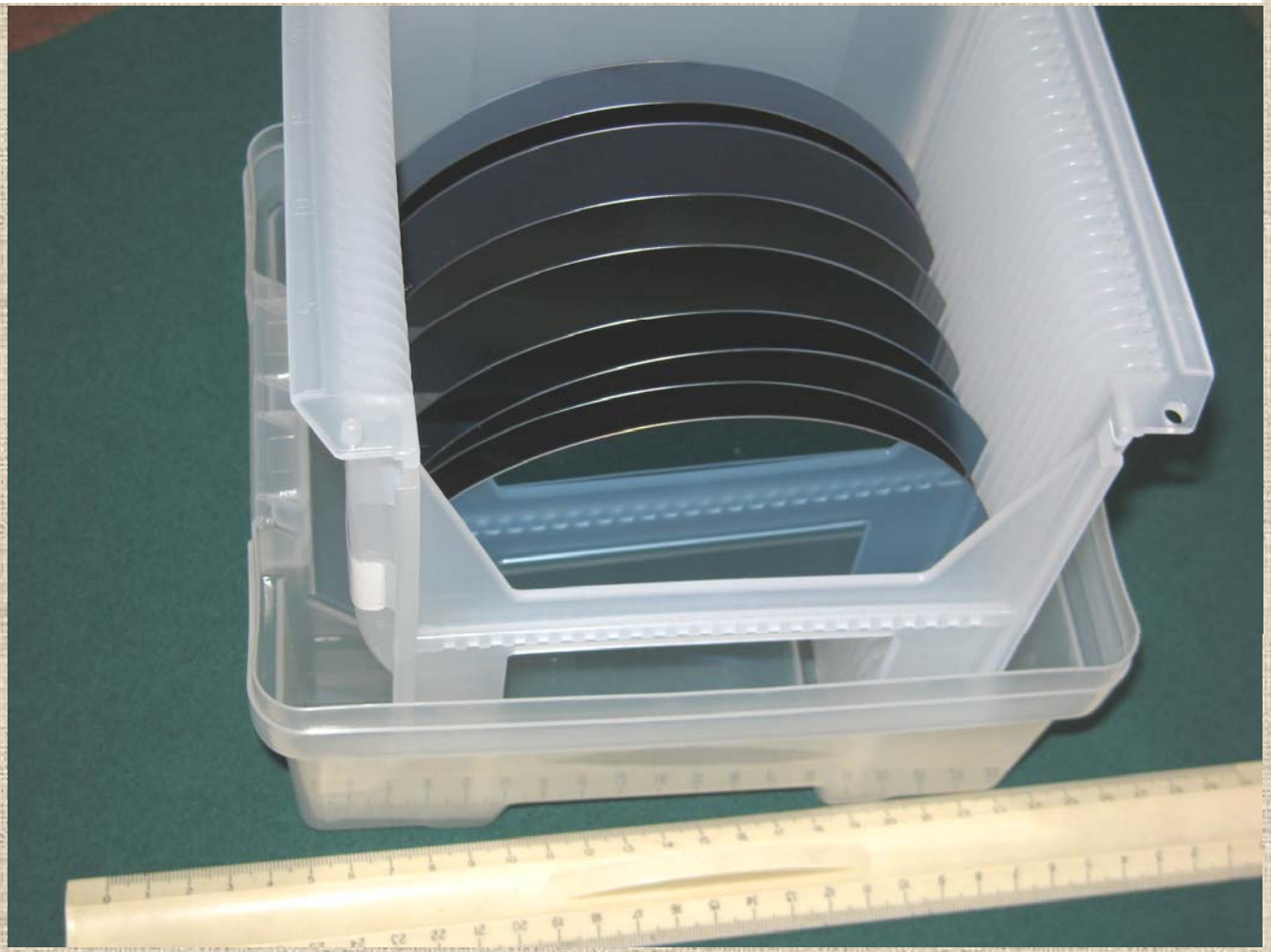
Круглый затравочный кристалл кремния с фрагментом начала оттяжки

Монокристаллические пластины кремния

Монокристаллические пластины кремния диаметром 150 мм



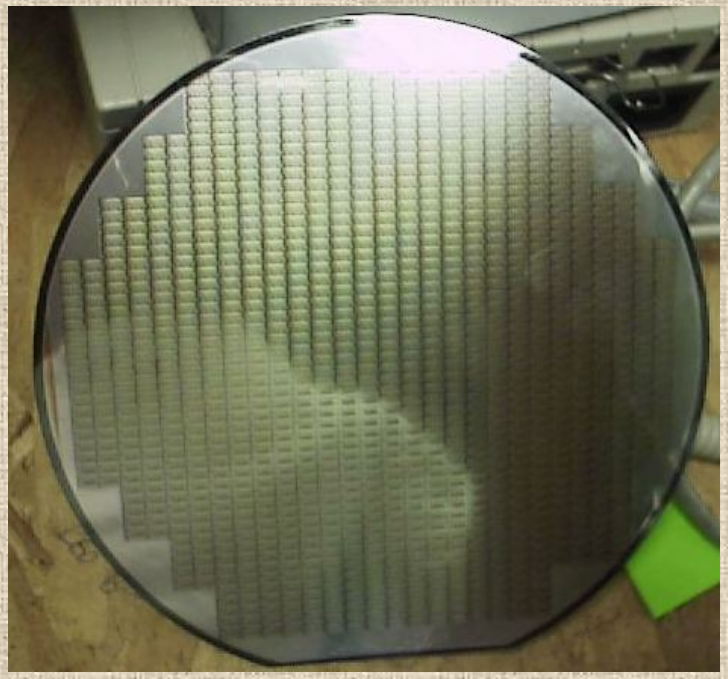
Монокристаллические пластины кремния диаметром 150 мм



2000 г

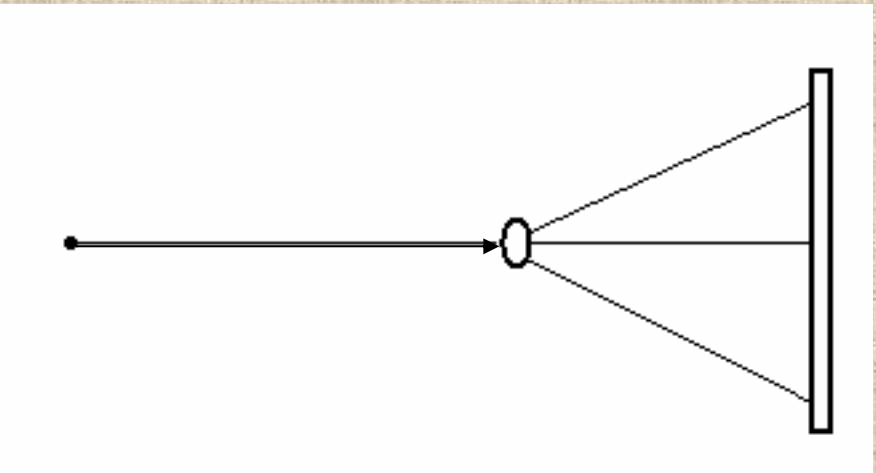
Диаметр слитков кремния ~400 мм

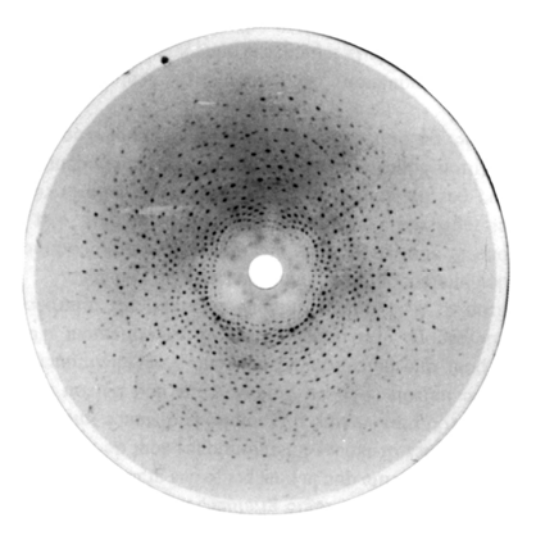
2005 – 2010 г



РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ - РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ

Источники информации в структурном анализе





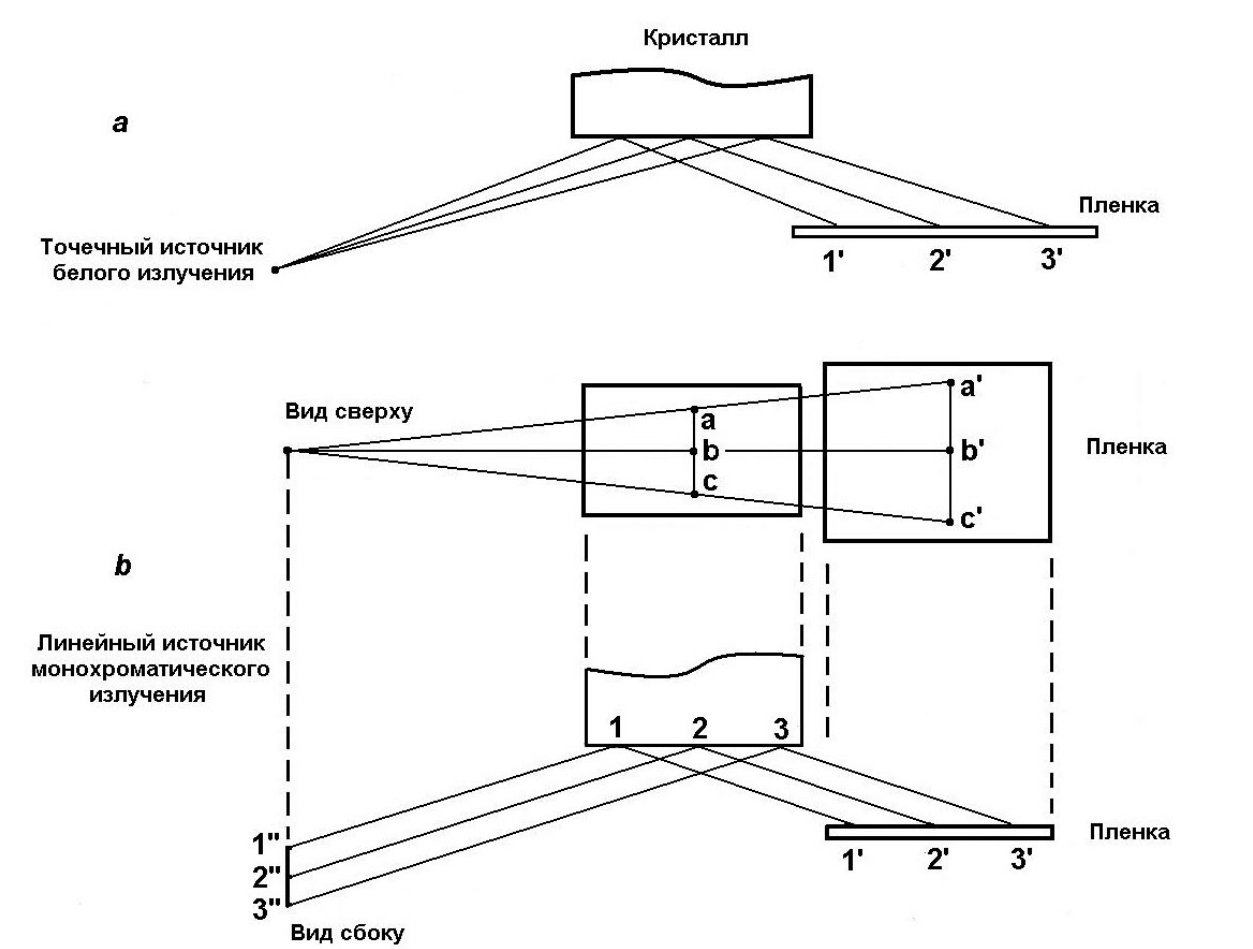
1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

3. Тонкая структура дифракционных рефлексов и диффузного рассеяния → **Реальная структура кристаллов - дефекты, нарушения совершенства кристаллов**

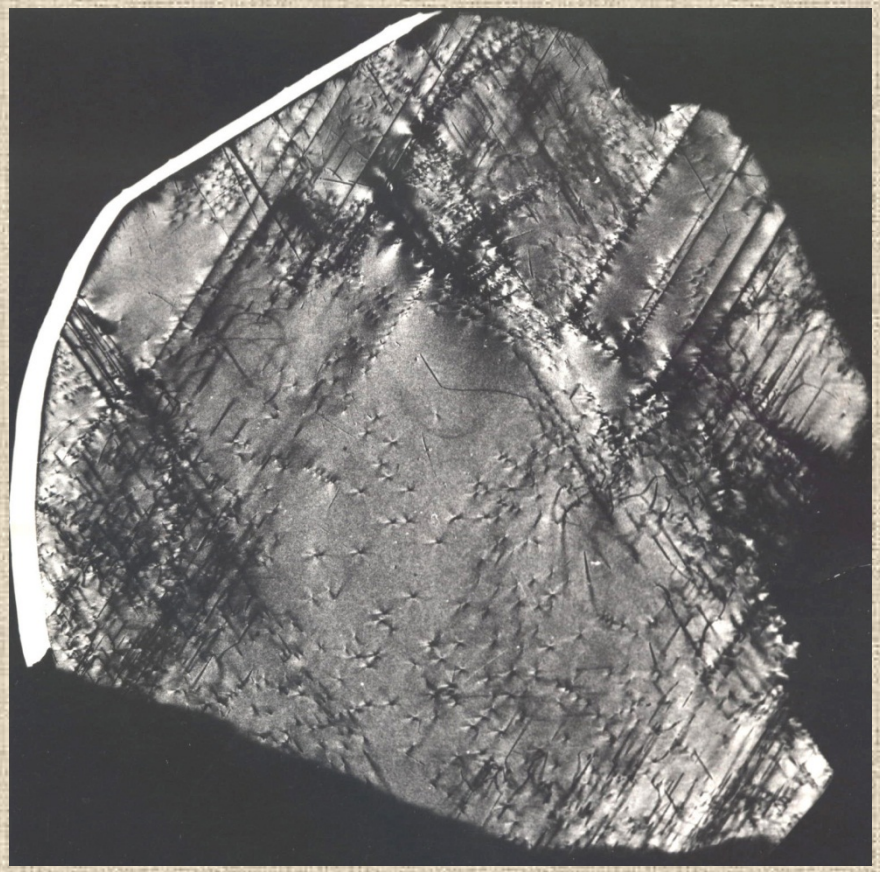
Методы рентгеновской топографии (рентгеновская микроскопия)

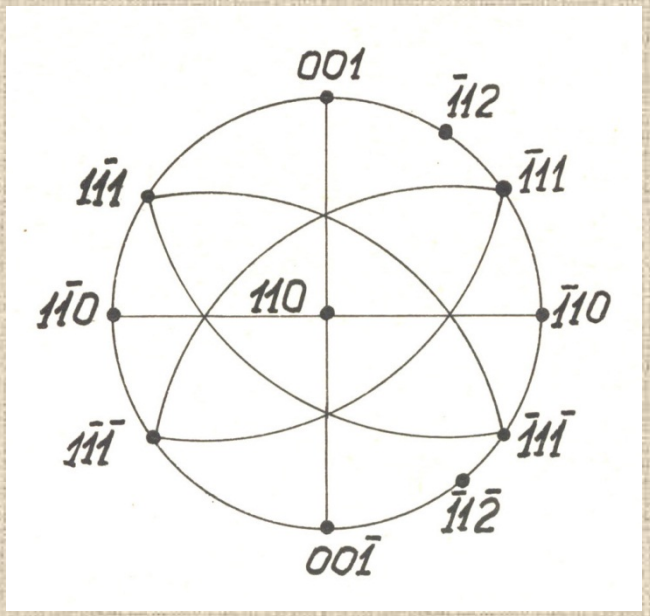


Berg W. Naturwissenschaften, 1931, 9, p.391
Berg W. Z.Krist., 1934, B89,3,p.286

Фрагмент рентгеновской топограммы монокристалла кремния с ростовыми дефектами

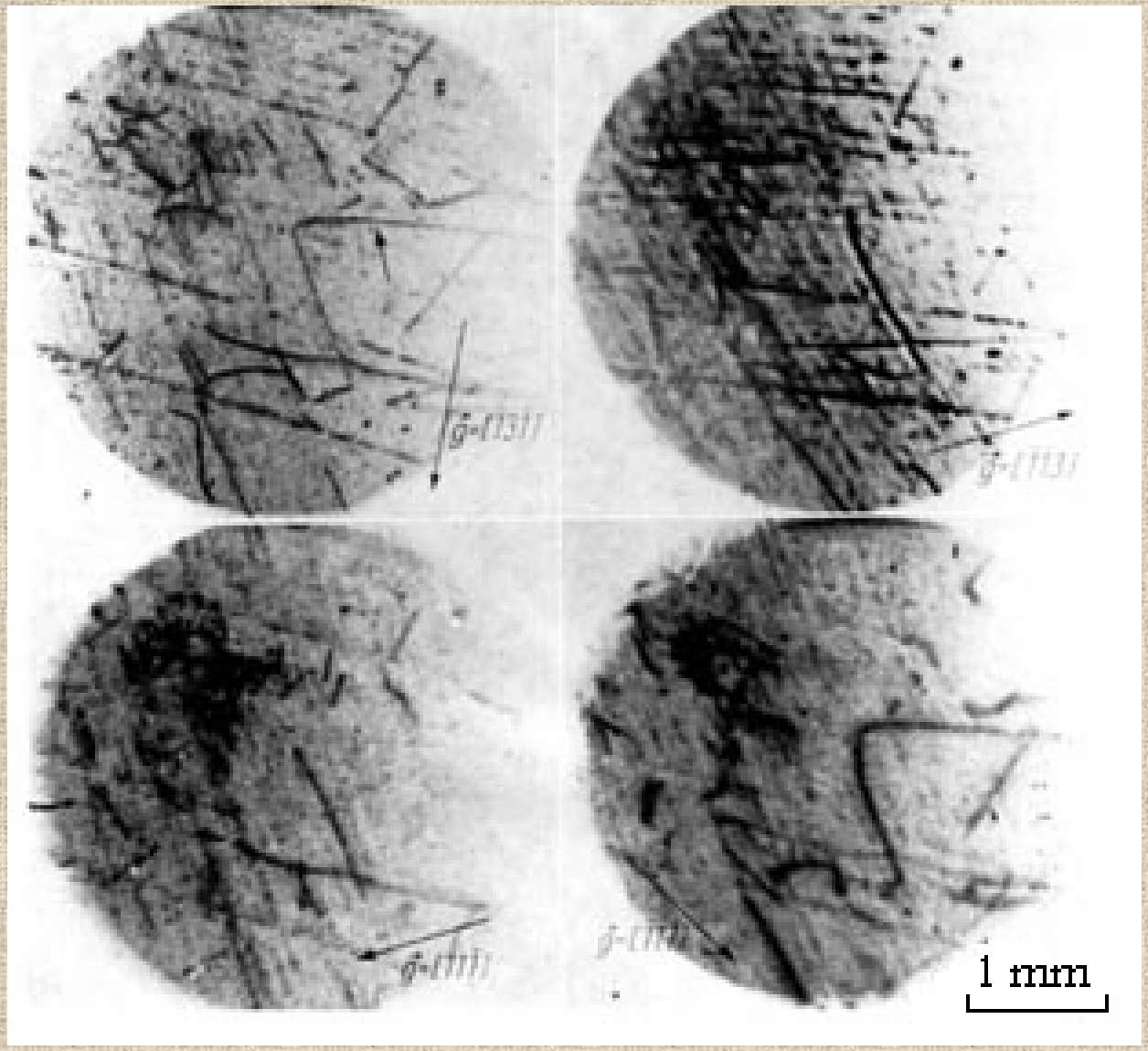
Диаметр пластины 15 мм, толщина 2 мм,
поверхность кристалла [110], отражение $(\bar{2}\,2\,0)$.
На топограмме хорошо видны дислокации, дефекты упаковки, полосы скольжения





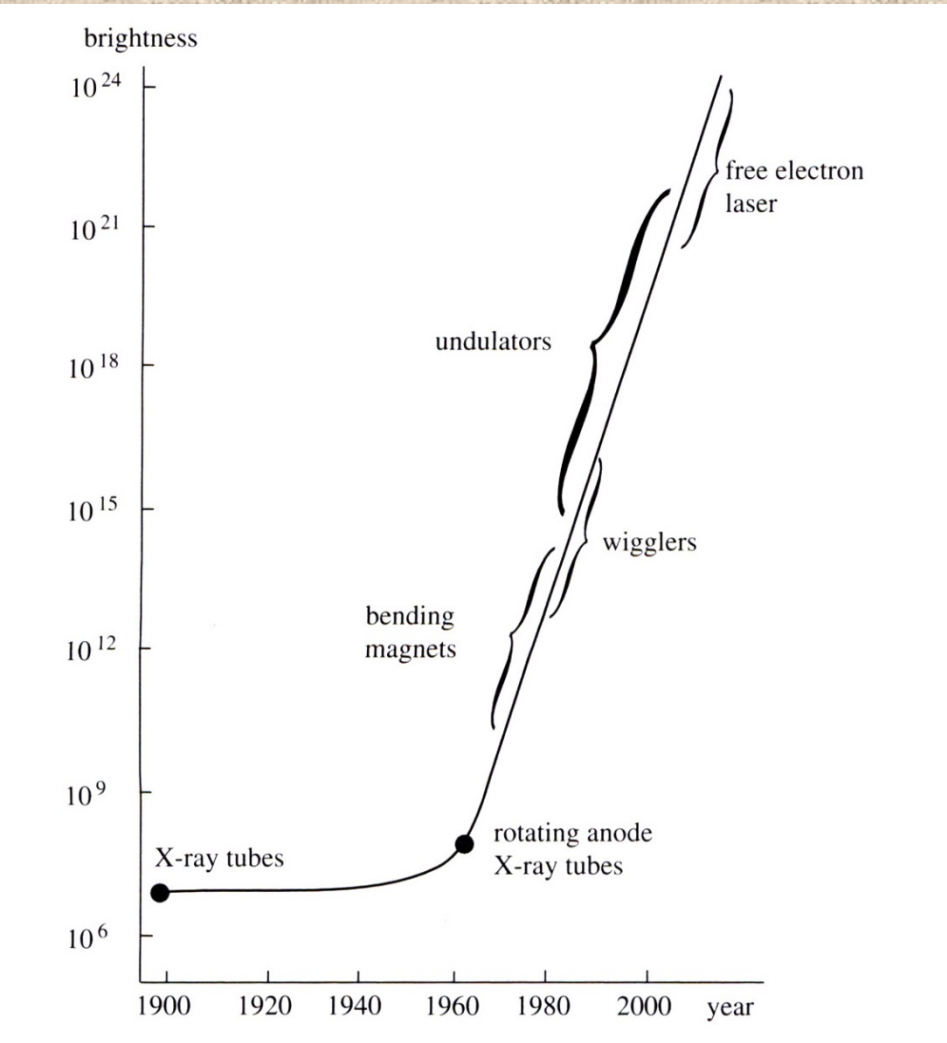
Э.В.Суворов Электронная промышленность, 6, 1979, с. 49-55

Четыре рентгеновские топограммы снятые одновременно в синхротронном пучке в разных отражениях



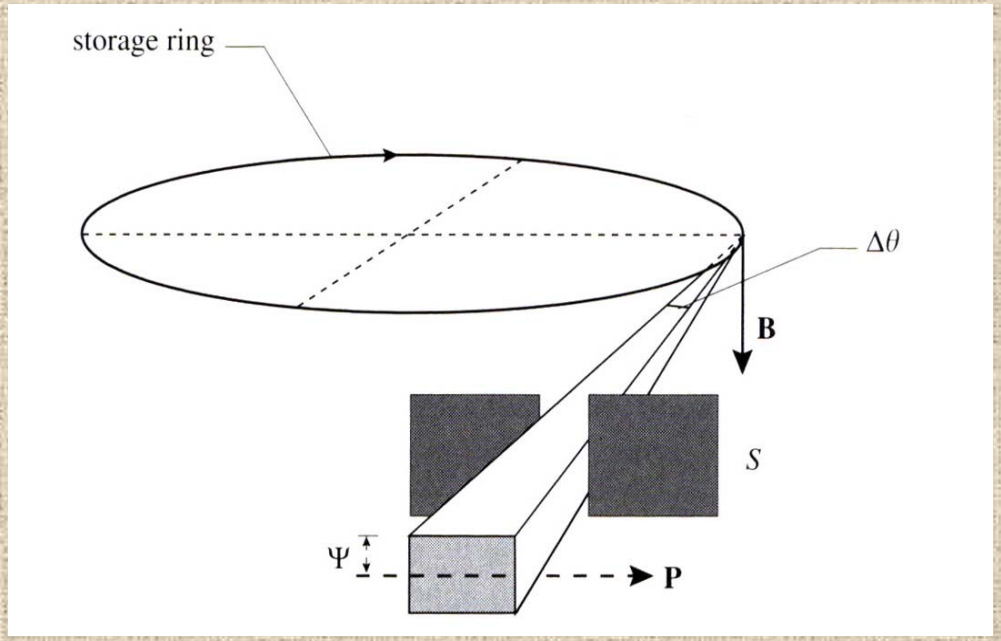
(время съемки 3 сек.)

Яркость рентгеновских источников в фотонах /сек^{2}мм^{2}мрад^2, как функция времени



Winick H., (1998) J.Synchrotron Rad.,5, 168-76

Синхротронное излучения испускаемое релятивистскими электронами движущимися вдоль кольцевой орбиты



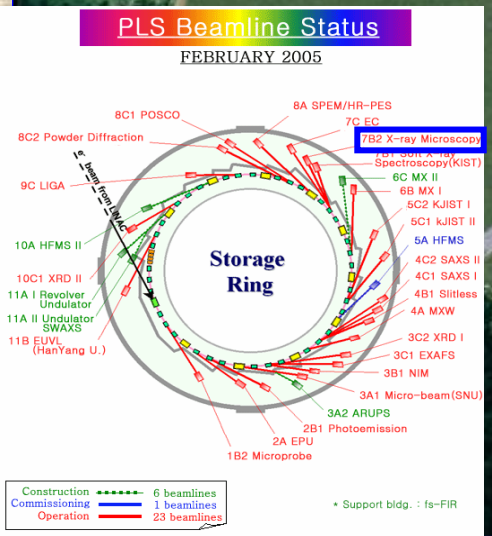
$$P = \frac{2}{3}\frac{e^2 c}{R^2}\cdot\left(\frac{v}{c}\right)^4 \gamma^4$$

$$B = \frac{m\gamma c}{R\,\mathrm{e}} \qquad \gamma = \frac{E}{mc^2}$$

$$2\Psi \approx 2\gamma^{-1}$$

$$\lambda_c = \frac{4}{3}\pi R\gamma^{-3} \qquad b = 1.327\cdot 10^{13}\cdot E^2\cdot I\cdot H\left(\frac{\lambda_c}{\lambda}\right)$$

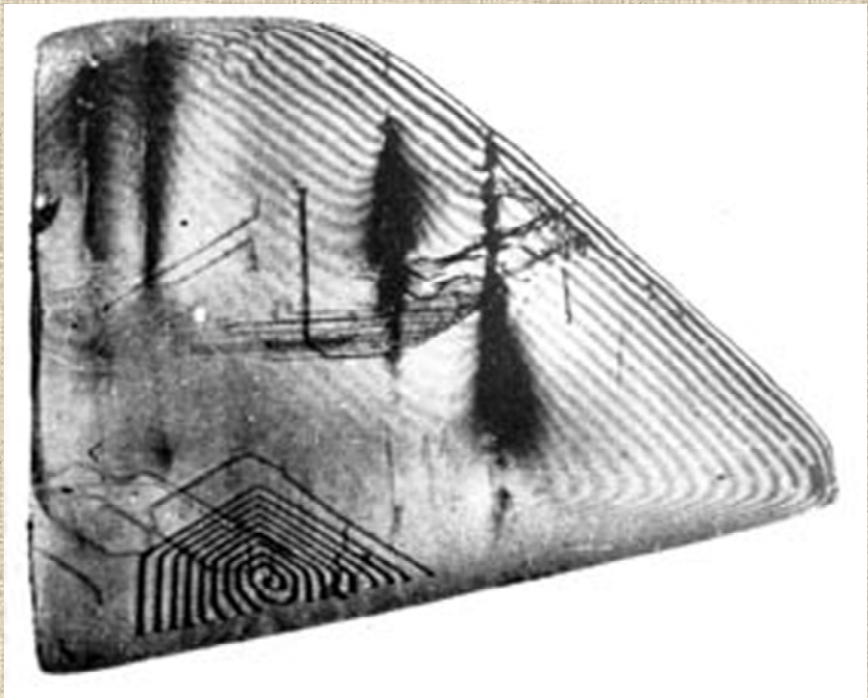
P- мощность рентгеновского излучения
R – радиус орбиты электронов
v – скорость электронов
E – энергия электронов
c – скорость света
B – напряженность магнитного поля
e – заряд электрона
m – масса электрона
P – Направление вектора поляризации рентгеновского пучка
Ψ – вертикальная расходимость пучка

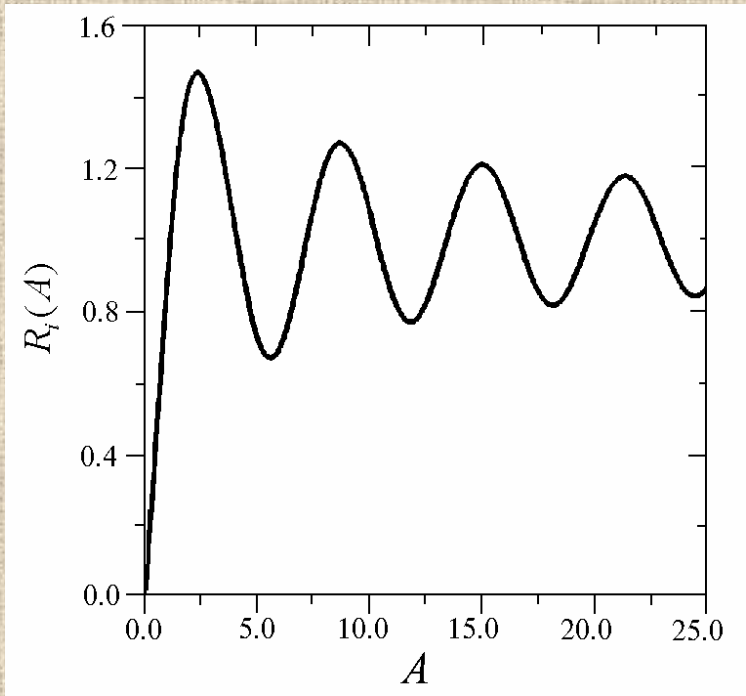


Pohang Light Source, Korea

The European Synchrotron Radiation Faciliti (ESRF) in Grenoble, France.

Толщинная зависимость интесивности дифрагированного пучка





$$A = \frac{\pi t}{\Lambda}$$

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c \cdot \sqrt{\chi_H \cdot \chi_{\bar{H}}}}$$

Authier A., Lang A.R. J.Appl.Phys. (1964), 35, 1956-1959

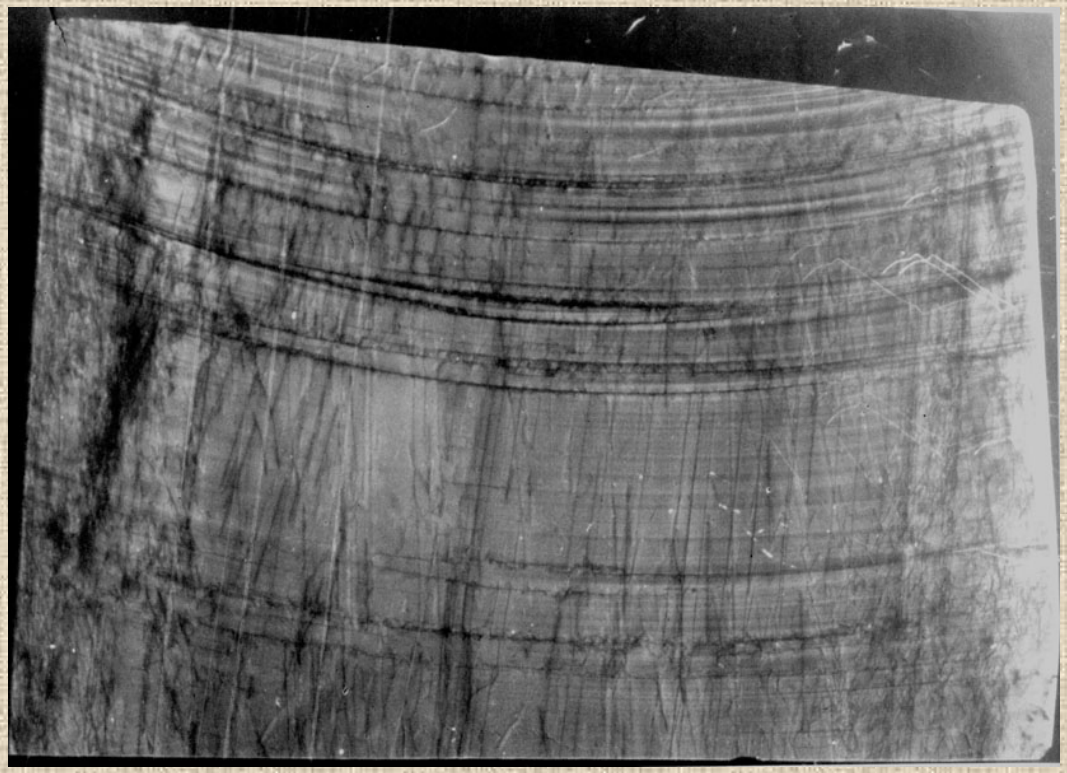
Проекционная топограмма кристалла кремния

Кристаллическая поверхность (111); отражение (220); излучение MoKα; толщина кристалла 800 мкм ($\mu t \approx 1.1$).

Epelboin Y., Authier A. Acta Cryst. (1983) A,39,767

Топограмма монокристалла сплава Ge+1%Si

**Метод аномального прохождения рентгеновских лучей.
Видны полосы роста и дислокации, генерировавшие на них
из-за частичной релаксации напряжений.
Излучение CuKα, отражение (220).**

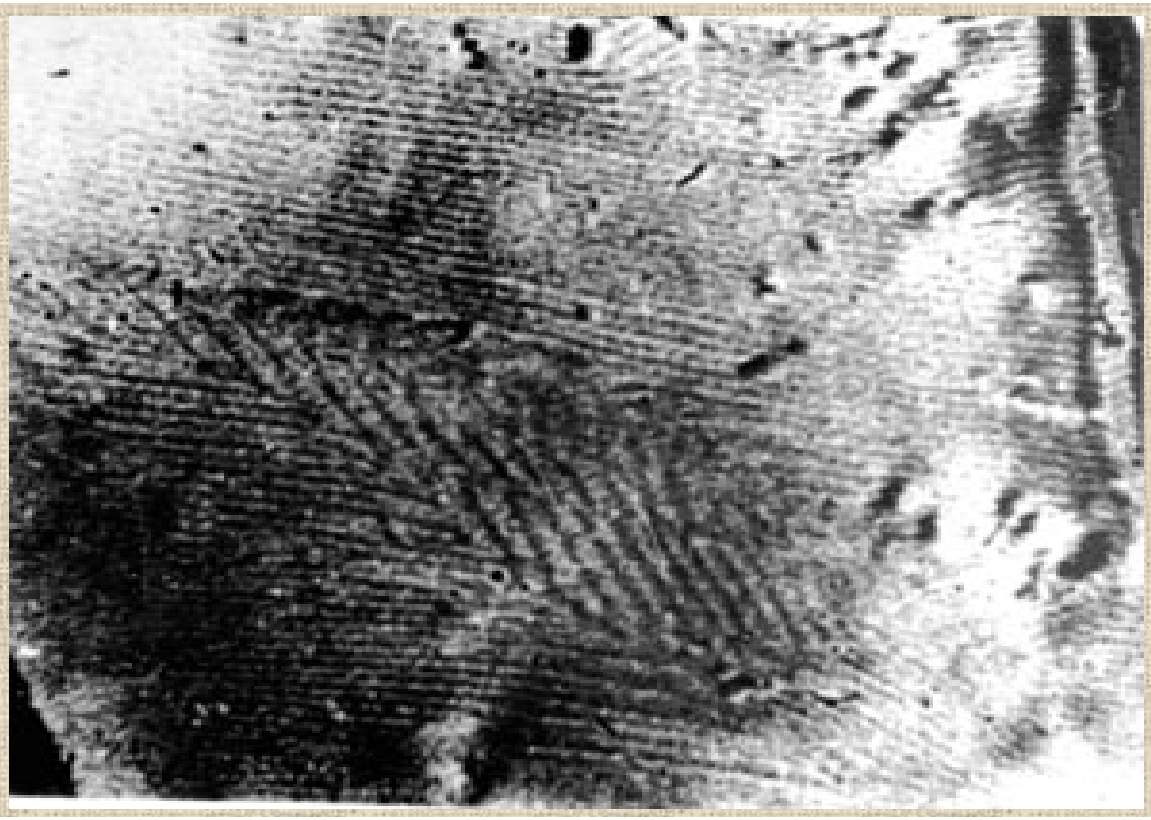


Из работы И.Л.Шульпиной

Изображение магнитных доменов (метод Ланга) монокристалла железо-итриевого граната

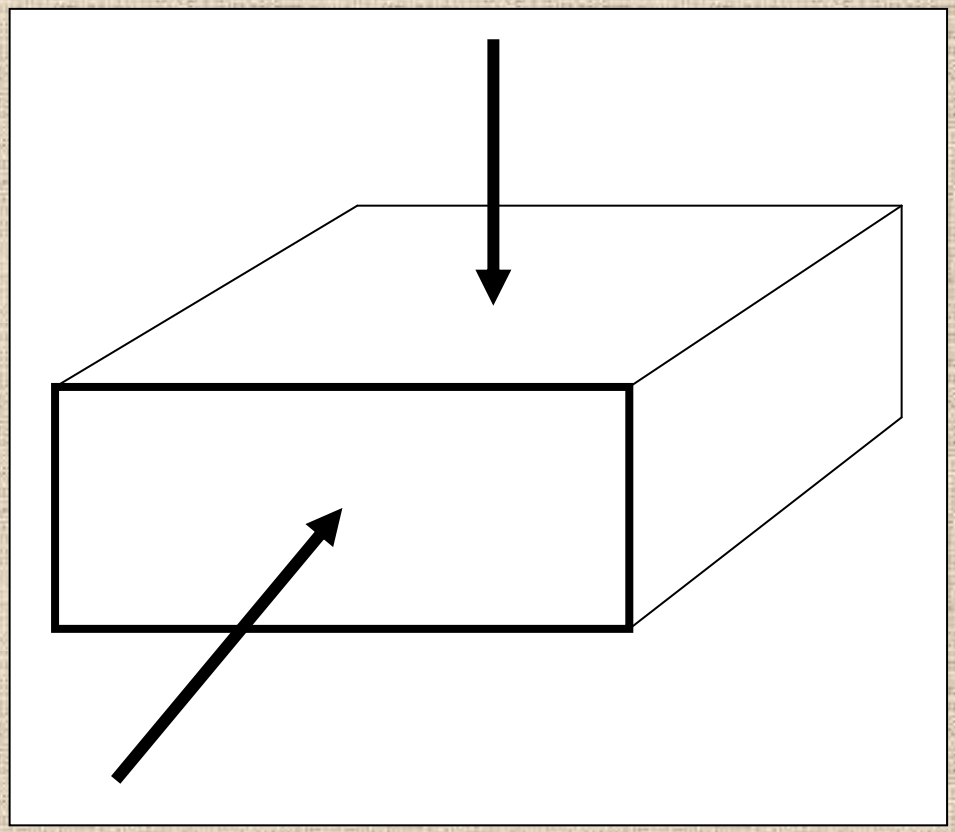
(3Y2O3 5Fe203)

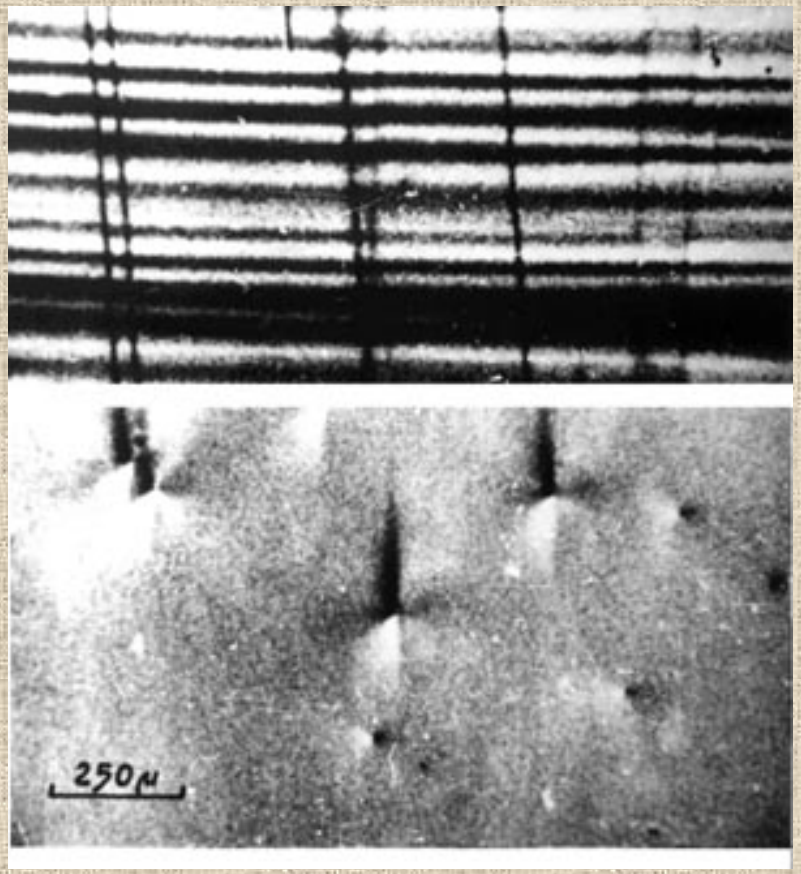
Излучение AgKα, отражение (800), толщина кристалла 180 мкм



С.Ш.Генделев, Л.М.Дедух, В.И.Никитенко, В.И.Половинкина, Э.В.Суворов, Связь доменной структуры монокристаллов ИЖГ с несовершенствами их строения, Известия АН СССР,35,серия физическая,6,1210-1215,1971

Стереотопограммы кристалла кремния, снятые по методике Бормана





Кристалл имеет форму прямоугольной призмы, трансмиссионные топограммы получены с двух его граней под прямым углом. Топограммы позволяют получить полную реконструкцию объема образца (из работы В.И.Никитенко, Л.Н. Данильчука).

Топограмма монокристалла кремния (метод Ланга) с введенными при пластическом изгибе дислокационными полупетлями

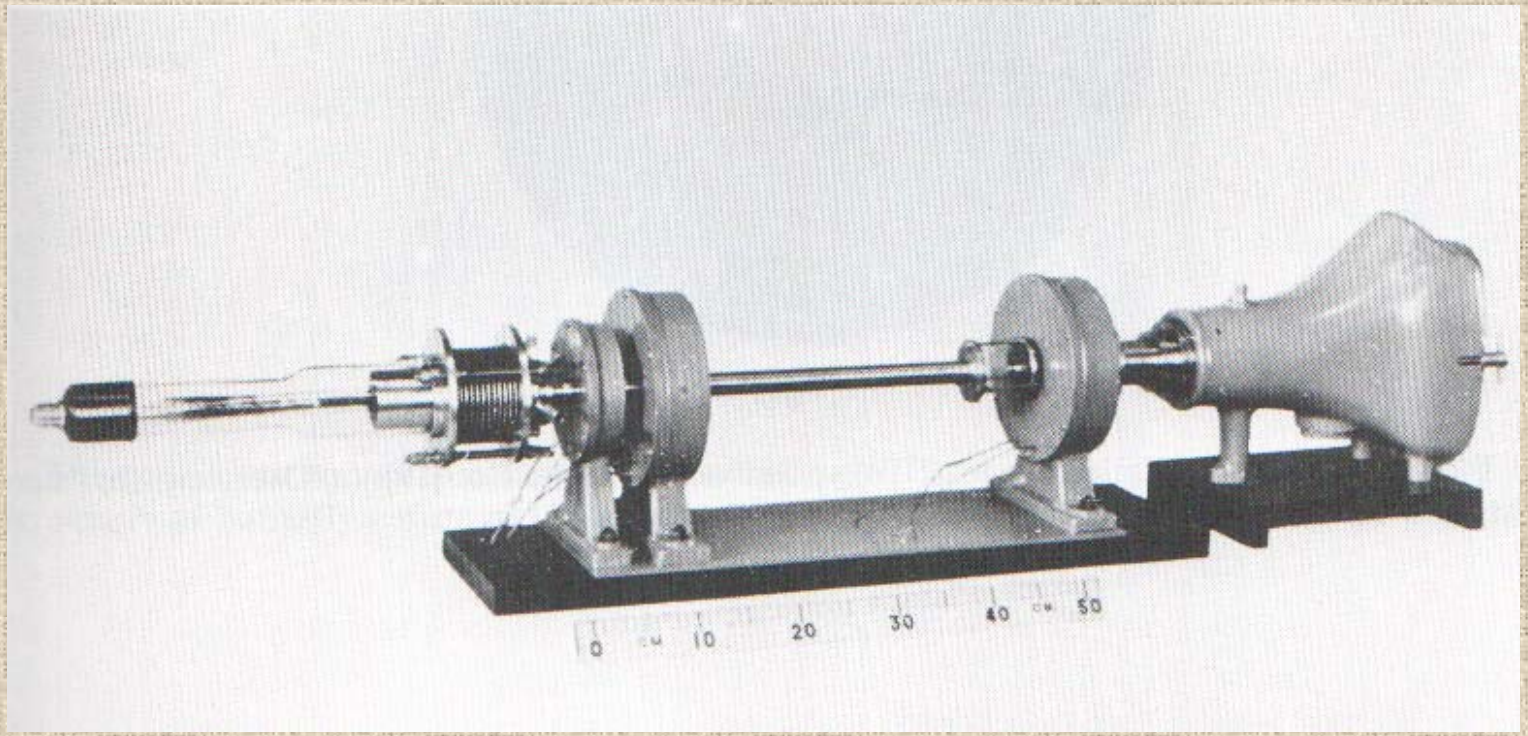
E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom, Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast Phys.Stat.Sol.26,1,385-395,1974

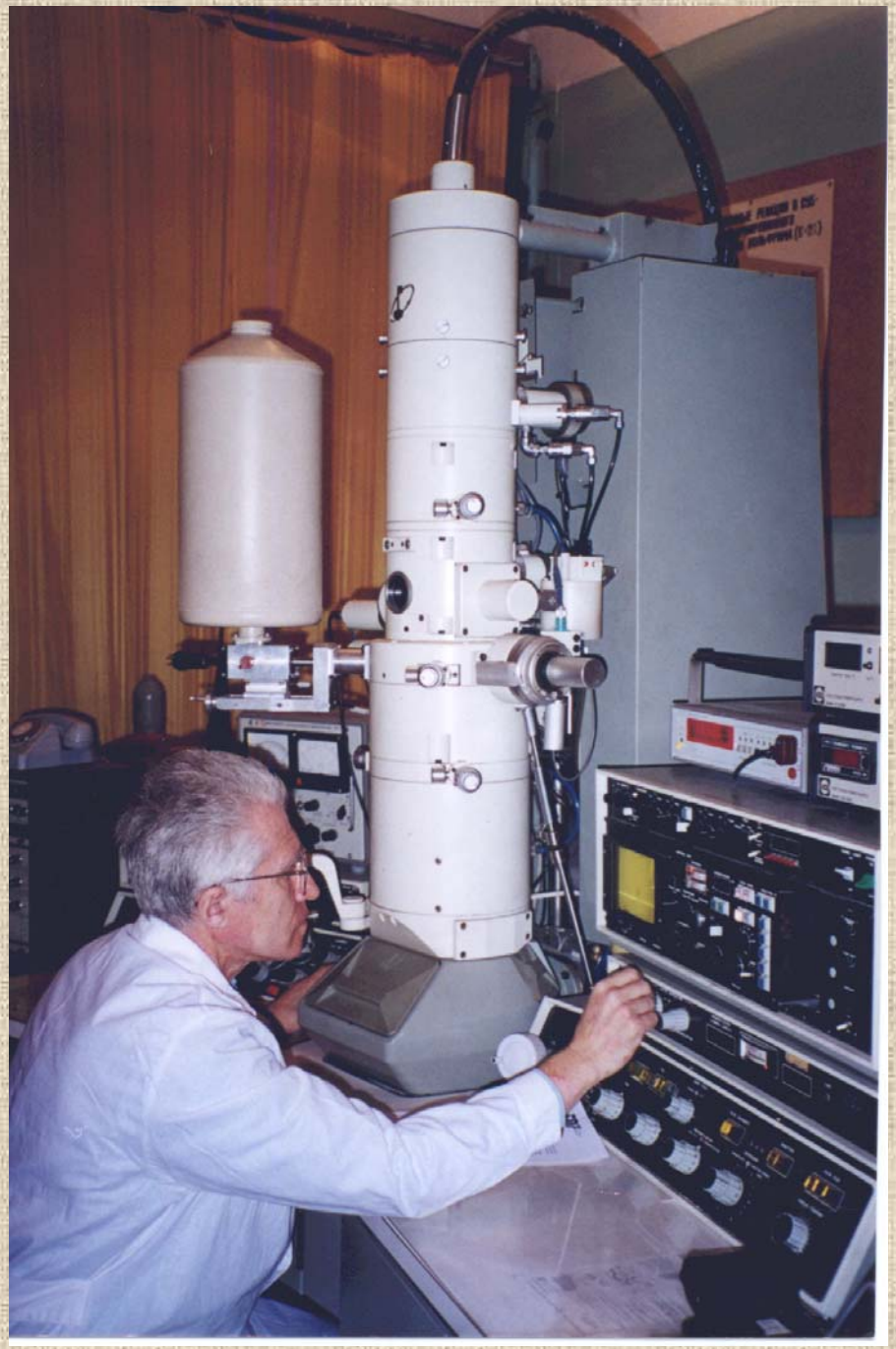
Пространственное разрешение методов рентгеновской микроскопии (рентгеновской топографии)

Составляет ~1мкм

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ (HREM)

Одна из первых действующих моделей электронного микроскопа

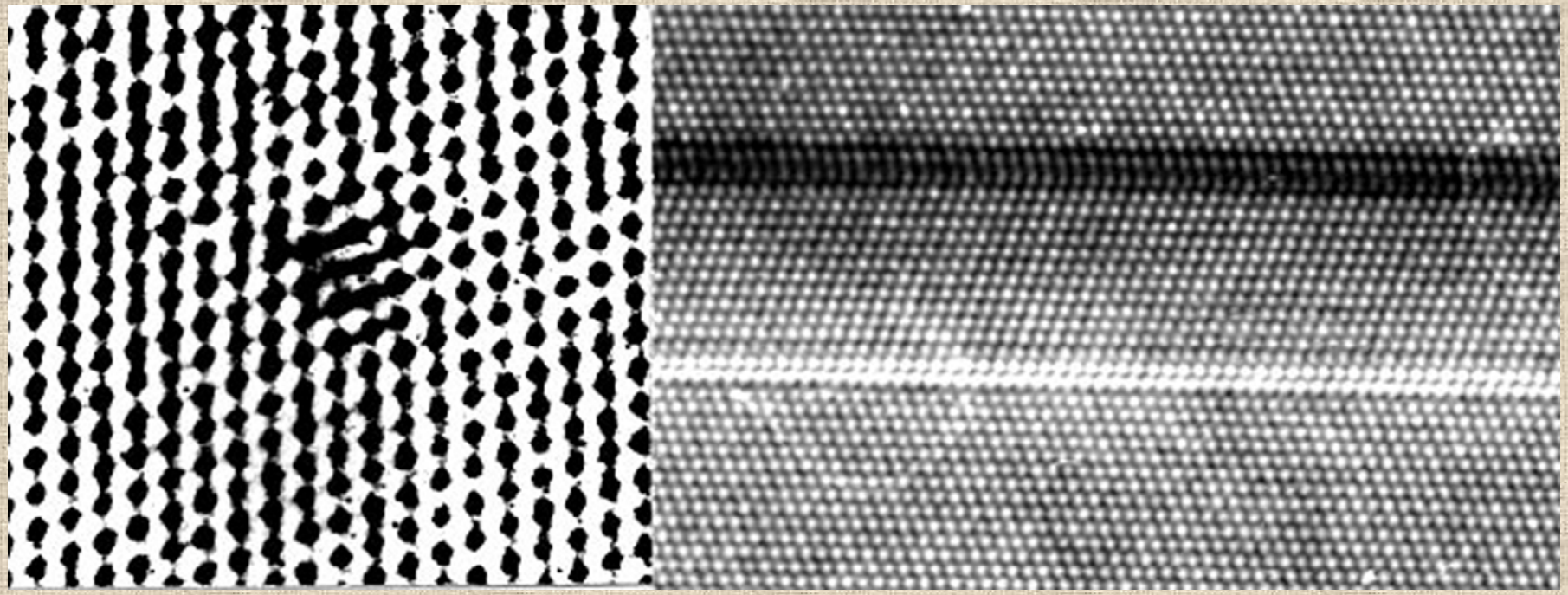




Электронный просвечивающий микроскоп JEM 100CX

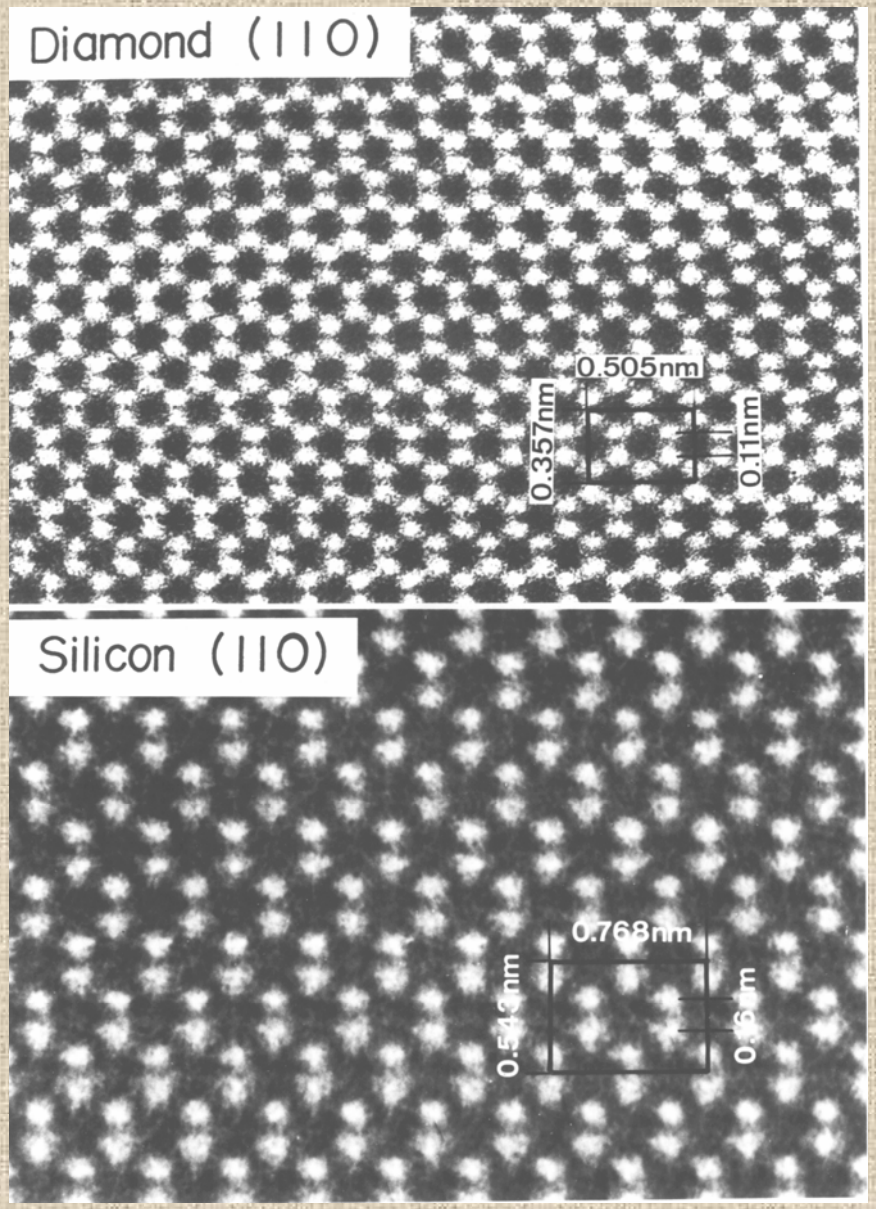
JEOL-4000
ИФТТ РАН
Рабочее напряжение 400 kV
13 2 2003

ЭМ изображения высокого разрешения
а - краевая дислокаця в монокристалле кремния;
б - двойниковые границы в монокристалле крения

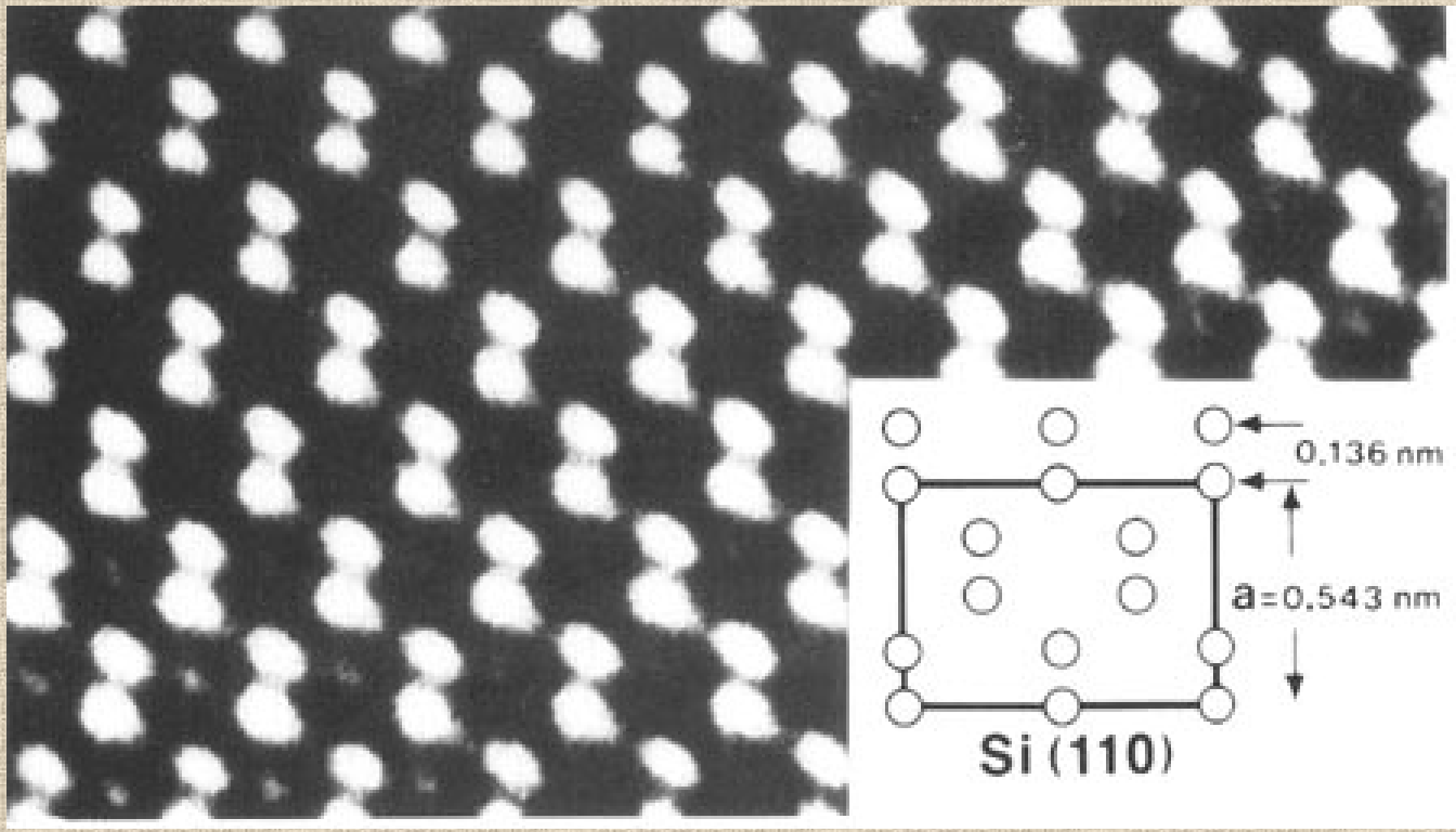


а б

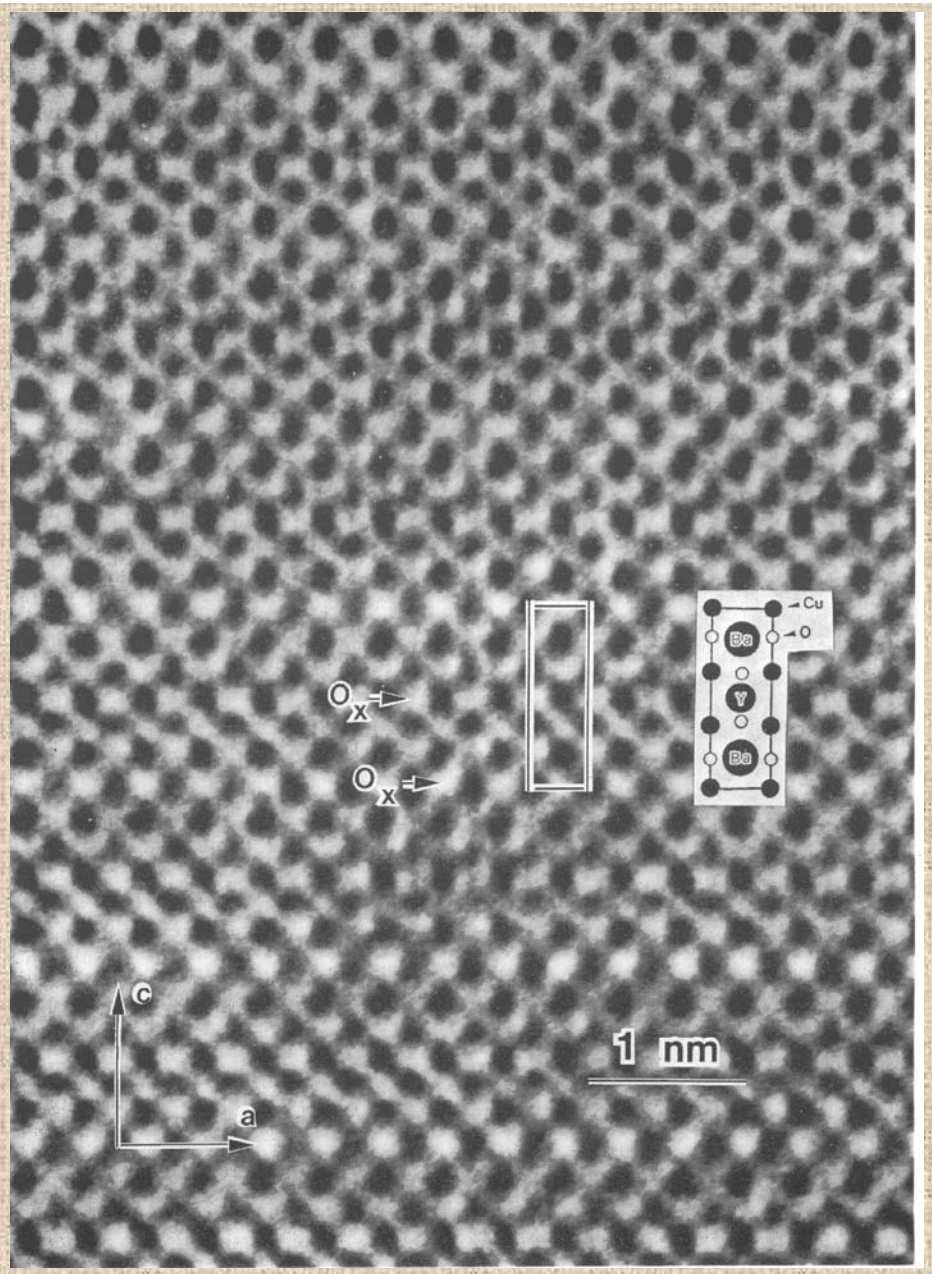
ЭМ изображения высокого разрешения (HREM) монокристаллов алмаза и кремния



ЭМ изображения высокого разрешения монокристалла кремния



ЭМ изображения высокого разрешения $YBa_2Cu_3O_{7-x}$



Пространственное разрешение в методах электронной микроскопии высокого разрешения

Составляет ~1,3 Å

$$1\,\text{Å} = 10^{-10}\,\text{m}$$

РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ (SEM)

Оптический сканирующий микроскоп был разработан и реализован в 1924 году одним из создателей современного телевидения В.К.Зворыкиным.

Влади́мир Козьми́ч Зворы́кин родился 17июля 1988, в г. Муром, Владимирской губернии, Российской империи; умер 29 июля 1982, Принстон, Нью-Джерси, США (похоронен на кладбище Принстона) - американский инженер-ученый русского происхождения, один из создателей современного телевидения.

Окончил муромское реальное училище, в 1906 году, поступил в Петербургский технологический институт. С отличием окончил его в 1912 году с дипломом инженера-технолога. В 1912-1914 годах продолжал образование в Париже в Колледже де Франс под руководством Поля Ланжевена.

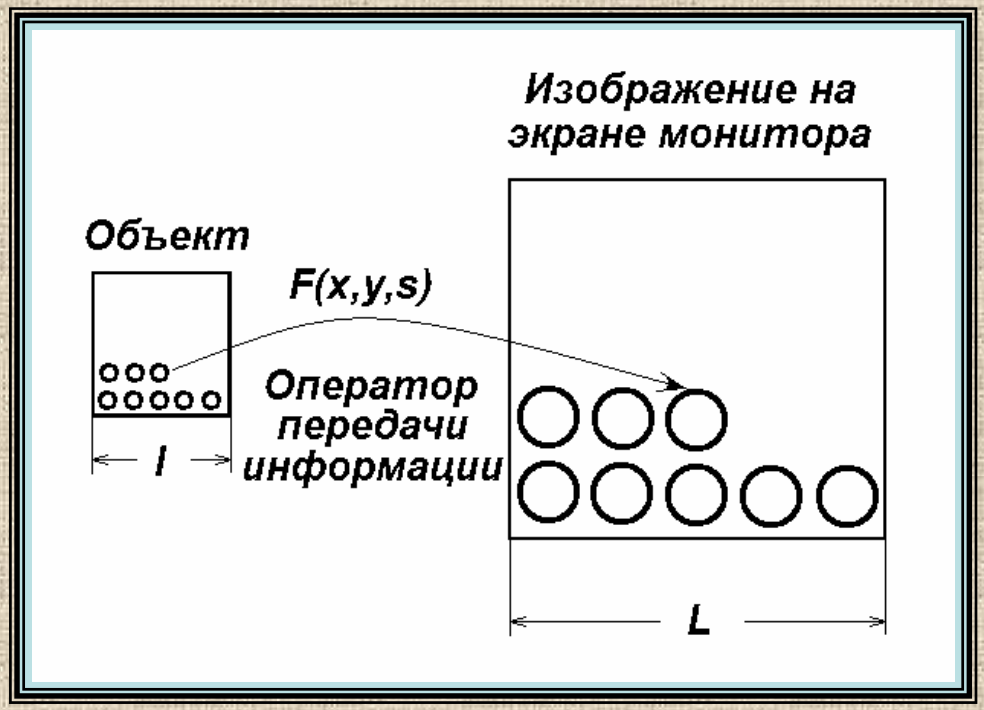
Идея электронного сканирующего микроскопа была сформулирована в 1935 году М.Кнолем.

M.Knoll Static Potential and Secondary Emission of Bodies Under Electron Irradiation Z.Tech.Physik,16,467-475,1935

Основной принцип - отображение информации об образце (за счет разнообразных ответных сигналов) при сканировании электронным зондом по поверхности объекта.

Устанавливается соответствие между набором положений на образце и на экране монитора, каждая точка отображается уровнем яркости или цветом на мониторе.

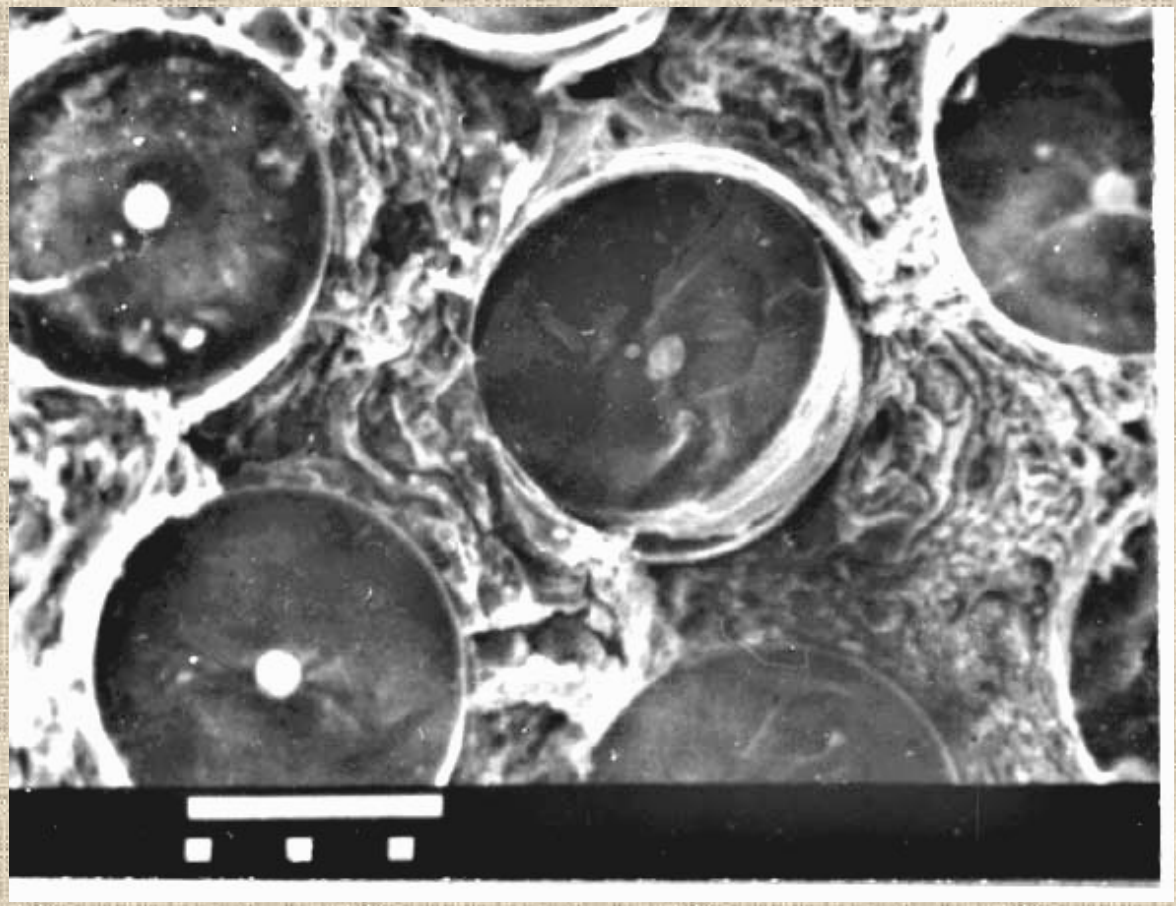
Увеличение равно L/l



1. Возможность математической обработки изображений состоящих из отдельных точек;
2. Огромная глубина резкости в РЭМ, в отличии от обычных оптических систем;
3. Множество физических явлений (отраженные и вторичные электроны, свет, характеристическое рентгеновское излучение, рентгеновская флуоресценция оже электроны), участвующих в образовании изображения расширяет возможности анализа объектов в РЭМ

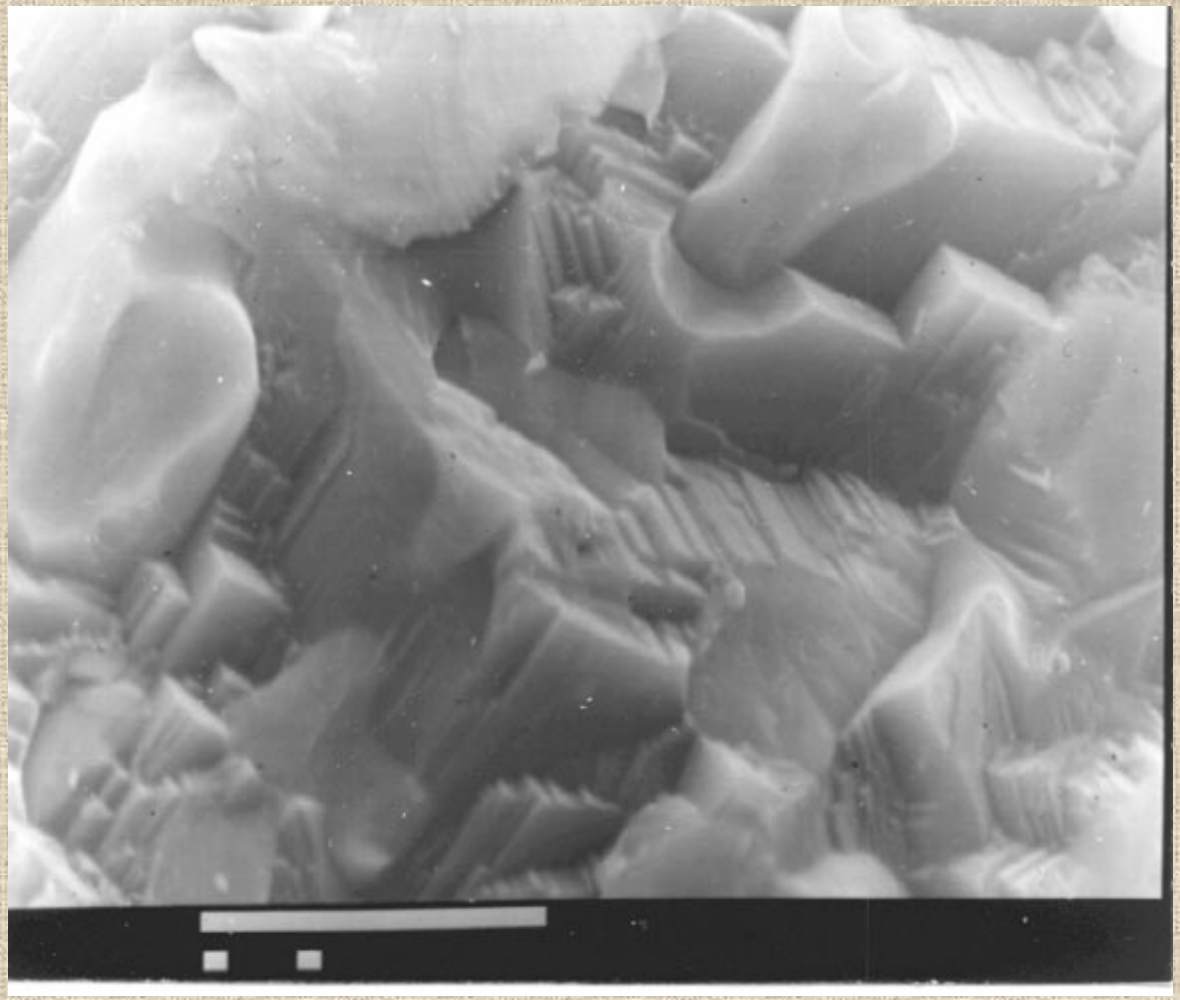
РЕМ – растровый электронный микроскоп – терминология принятая в России

SEM – сканирующий электронный микроскоп – терминология принятая в мировой литературе



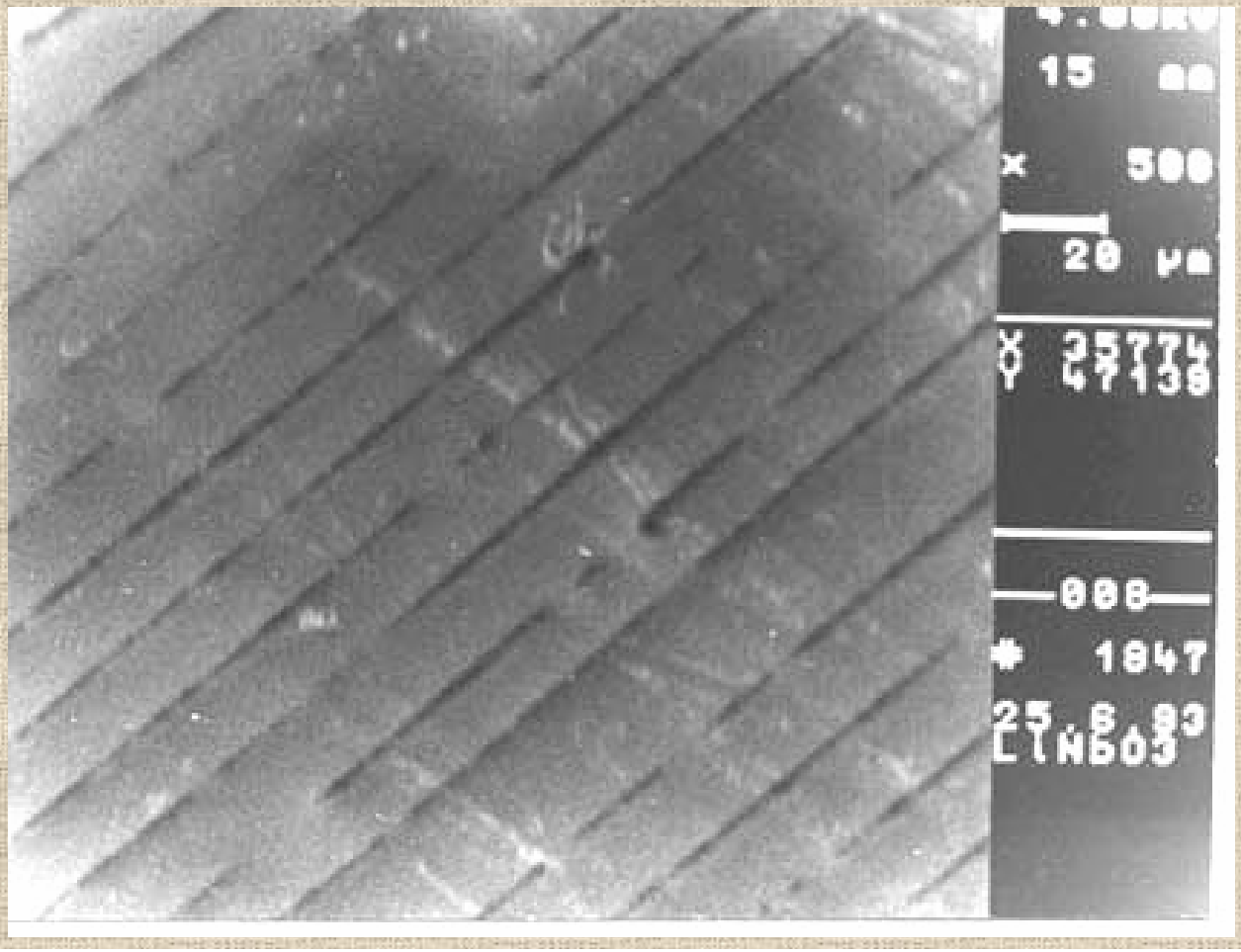
Структура излома поверхности композитного материала на основе B-Al сплавов.

На снимке хорошо видны волокна *B* осажденного на тонкие нити *W* и структура матрицы сплава *B-Al*. Волокно имеет достаточно сложную структуру - в центре расположена тонкая нить из чистого *W*, по периферии располагаются бориды вольфрама и по-видимому на самой поверхности имеется слой чистого *B*. Из снимка видно, что материал матрицы плотно обволакивает нити боридов вольфрама.



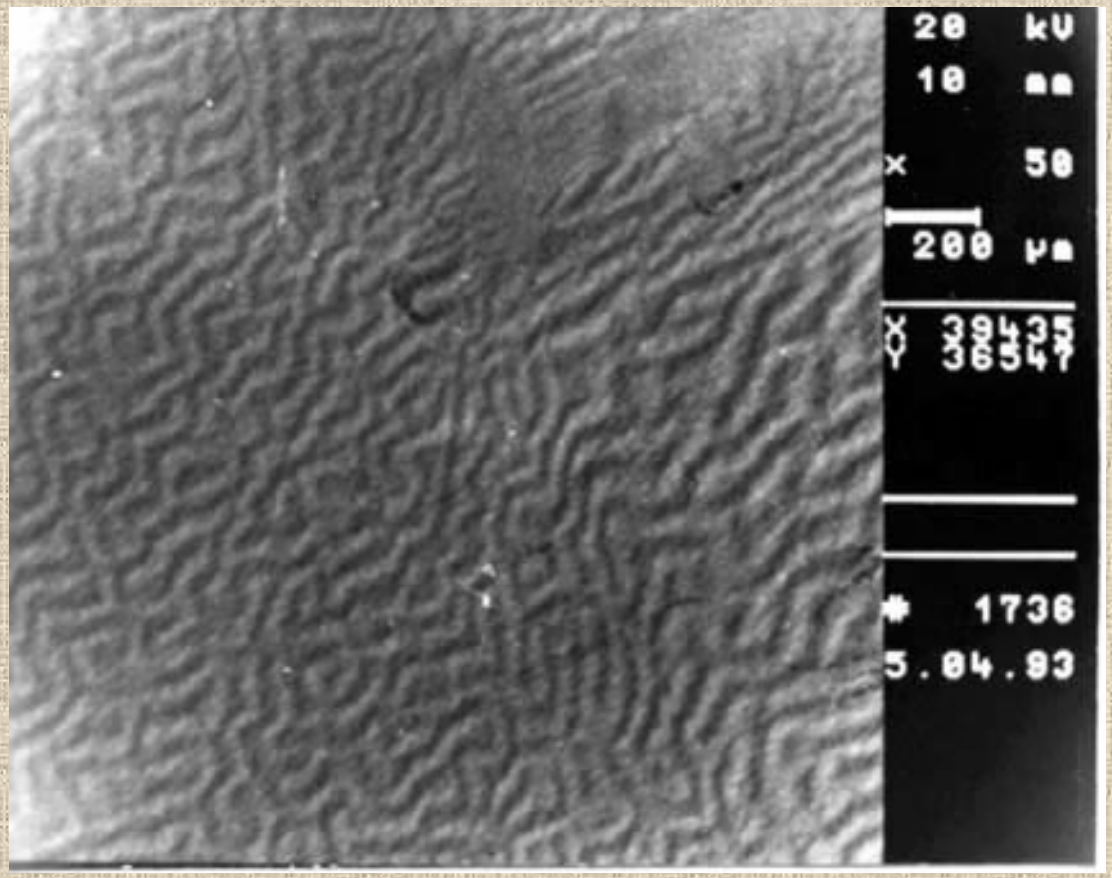
Характерная структура поверхности излома. Монокристалл сапфира.

За счет большой глубины резкости снимок производит объемное впечатление и позволяет судить о размерах неровностей на поверхности.



SEM изображение поверхности слоистого монокристалла $LiNiO_3$ (ниобат лития).

Слои образованы чередованием 180-градусных электрических доменов с противоположными знаками вектора поляризации. Структура получена в процессе роста по специальной технологии. На границах слоев наблюдаются тонкие прослойки примеси. Подобные структуры используются для изготовления оптических частотных преобразователей.



Лабиринтная магнитная доменная структура на поверхности никеля. Ускоряющее напряжение 20kV. Это магнитный контраст второго рода получен во вторичных электронах.

Пространственное разрешение в методах растровой электронной микроскопии

Составляет ~20-100 Å

РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

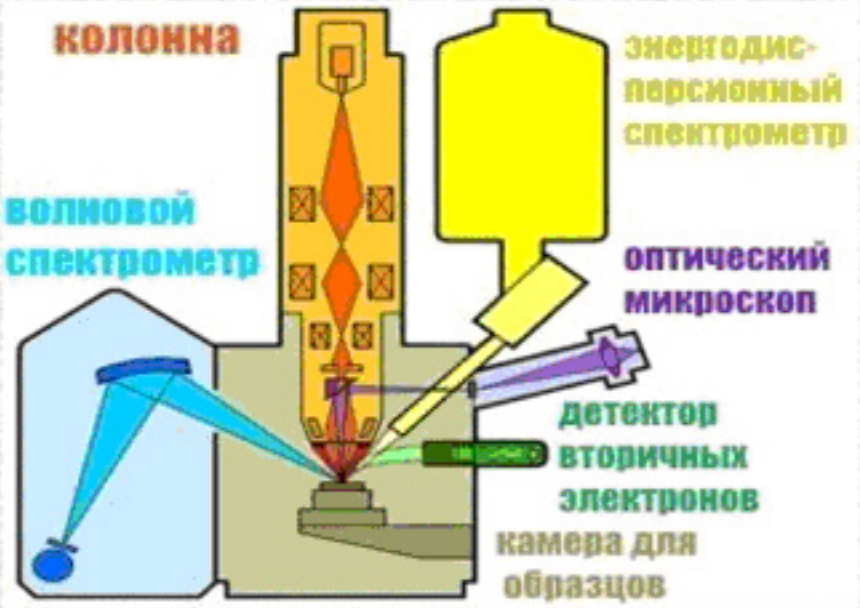
Идея предложена и запатентована в 40-е г.XX века, Дж. Хиллер, США;
Создан прибор и разработан метод в 50-е г. XX века
(Р.Кастен, А.Гинье - Франция; Н.П.Ильин, И.Б.Боровский - СССР)

Локальные рентгеноспектральные методы анализа

Электронно-зондовый микроанализ

Идея предложена и запатентована в 40-е г. XX века, Дж. Хиллер, США;

Создан прибор и разработан метод в 50-е г. XX века



Франция

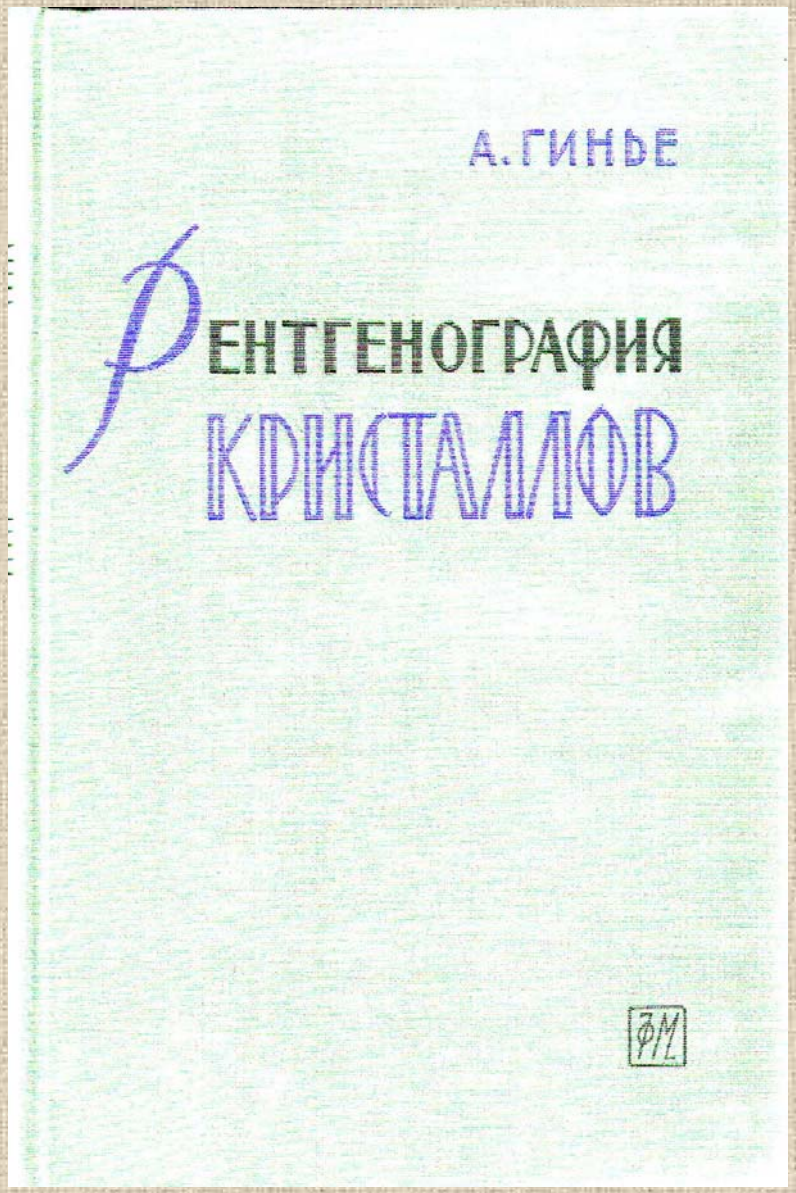
Р. Кастен

А. Гинье

СССР

Н.П. Ильин

И.Б. Боровский



Великолепный учебник по рентгеноструктурному анализу

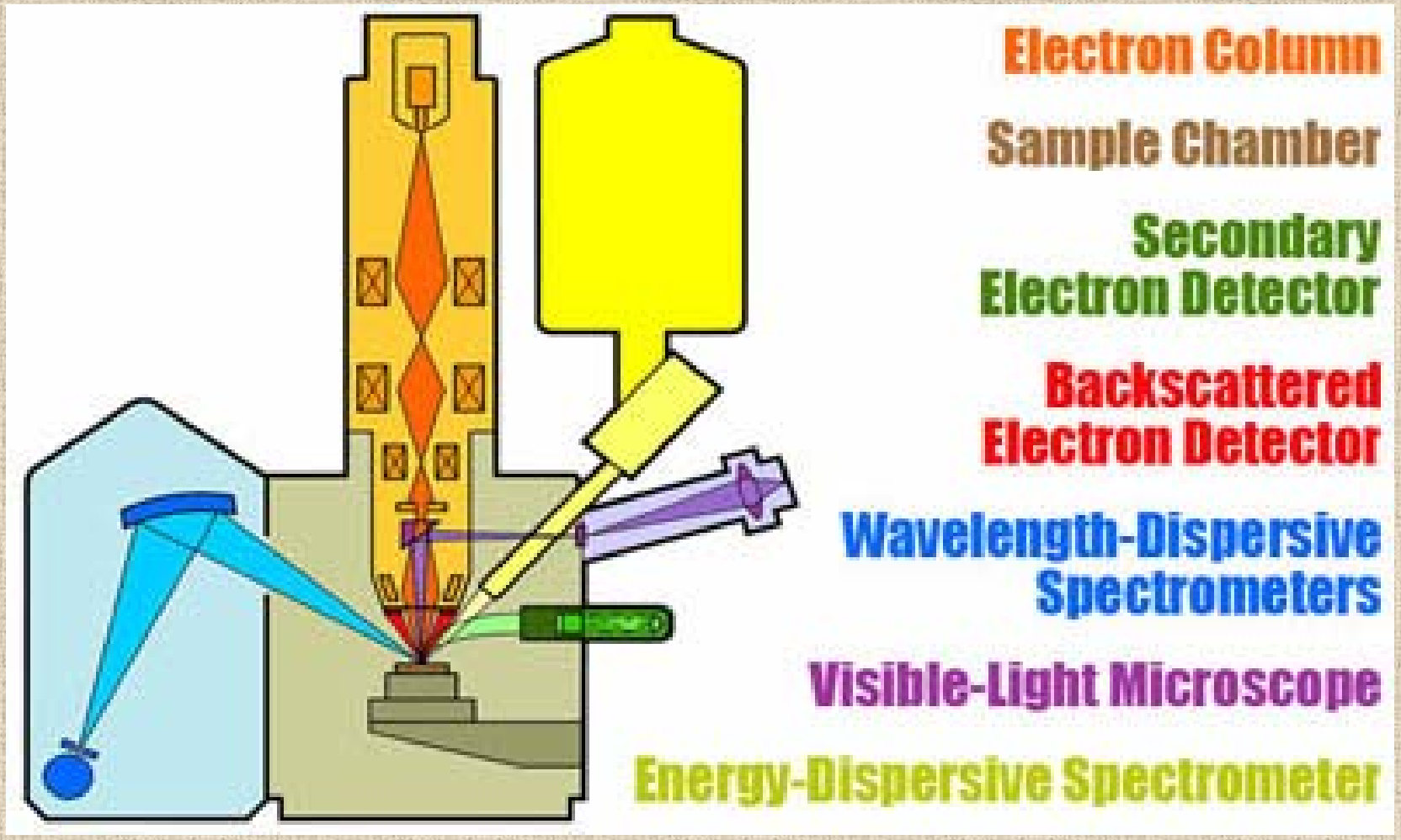
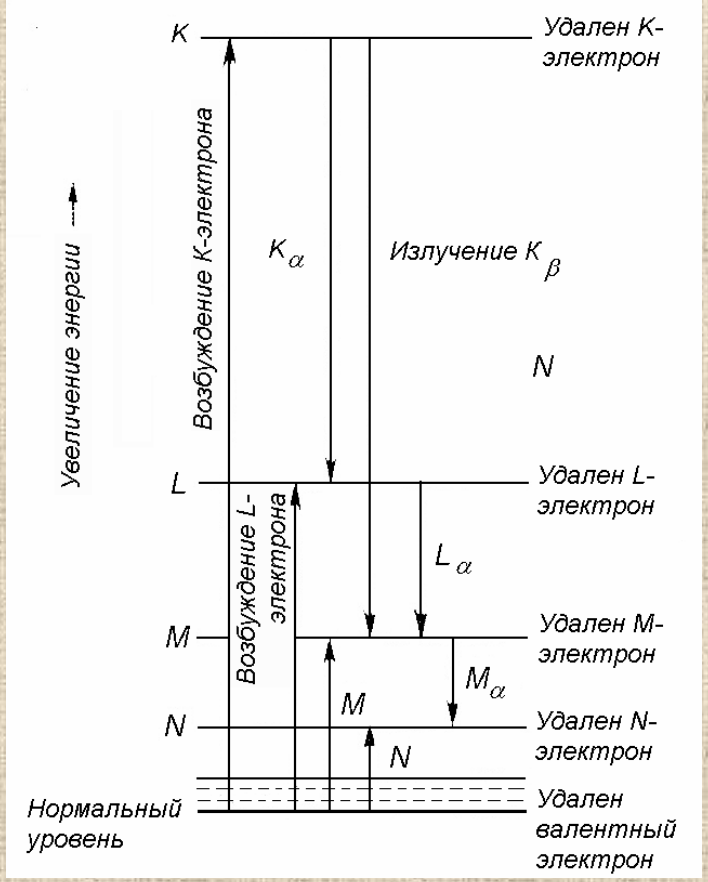


Схема современного
комбинированного прибора,
совмещающего электронный микроскоп
и рентгеноспектральный микроанализатор



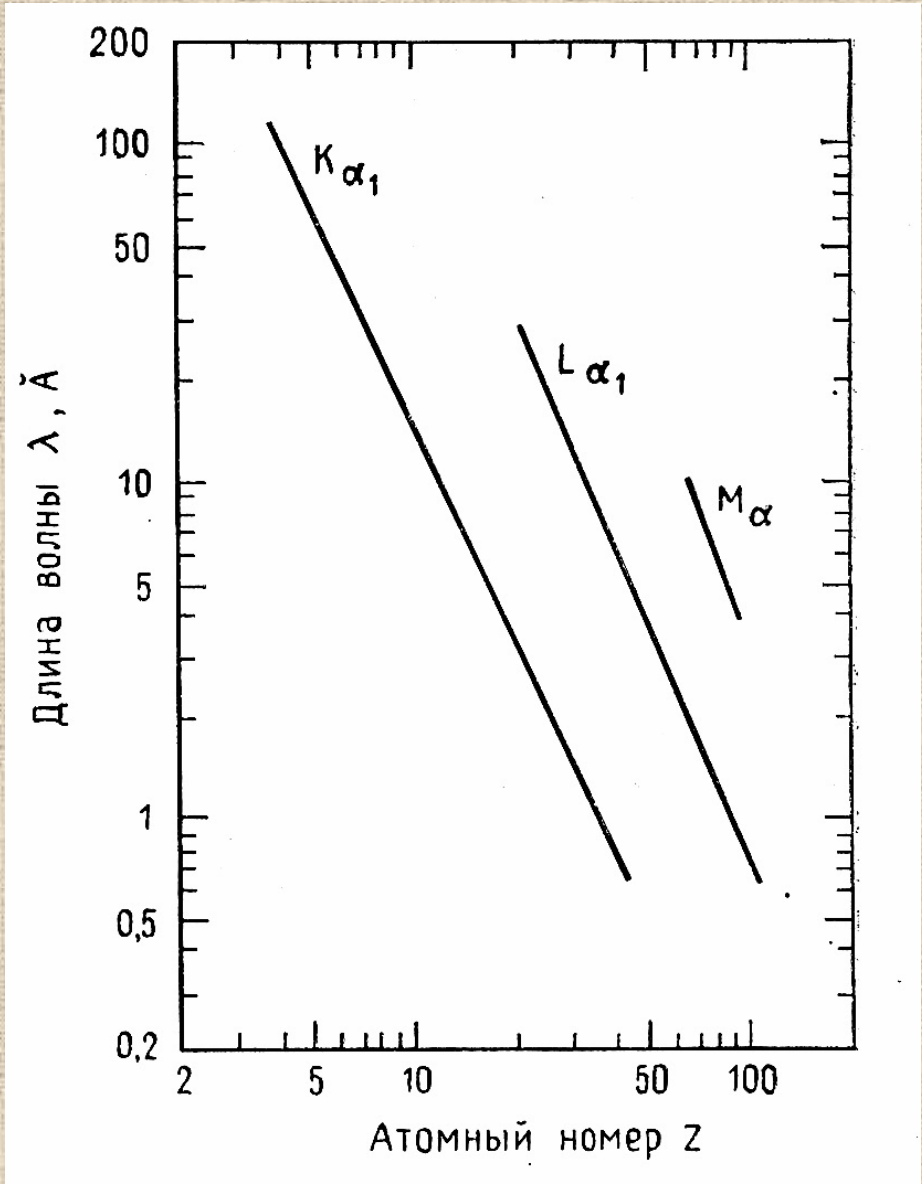
$$I_c \sim i_z \left(E_z - E_i\right)^{1.4}$$

Диаграмма энергетических уровней атома, иллюстрирующая возбуждение K; L, M- и N-оболочек и образование линий K_α, K_β ,L_α, M_α рентгеновского излучения (показано стрелками).

$$\lambda_c = f(z)$$

$$\lambda = \frac{B}{\left(Z - C\right)^2}$$

Закон Мозли



$$\lambda = \frac{B}{(Z - C)^2}$$

Закон Мозли для характеристических линий $K\alpha_1$, $L\alpha_1$, $M\alpha_1$

Рентгеновский микроанализ позволяет определять атомный состав материалов практически во всем интервале концентраций с точностью около 2%.

Чувствительность анализа неоднородна по всему спектру элементов таблицы Менделеева и сильно зависит от атомного номера. Так для легких элементов, например, для *Be* (*Z=4*), предельное обнаруживаемое количество элемента составляет более *10%*. С ростом атомного номера точность анализа растет и при благоприятных условиях может достигать *0.1-0.01%* для *Re* (*Z=75*)

Основные понятия симметрии кристаллической решетки

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

История исследований в кристаллографии

70-ый год н.э., Гай Плиний, римский писатель-эрудит, автор «Естественной истории», отмечал особую роль формы минералов;

1280 год, Альберт Магнус, выходец из рыцарского рода; немецкий ср.-век. ученый (Doctor universalis), член Ордена доминиканцев; жил и работал в Кёльне, обратил внимание, что все минералы характеризуются определенной формой (огранкой);

1611 год, Ио́ганн Ке́плер, немецкий математик, астроном, оптик и астролог, попытался объяснить правильную форму снежинок;

1667 год, Ро́берт Гук— английский естествоиспытатель, учёный-энциклопедист, построил модели кристаллов используя мелкие шарики;

1669 год, Нильс Стенон, датский естествоиспытатель, философ, внес огромный вклад в развитие, геологии, кристаллографии. Исследовал кристаллы кварца и показал, что углы между идентичными гранями кристалла не зависятот формы и размеров кристалла;

1784 год, Ренэ-Жюст Гаюи, французский минеролог, создатель научной кристаллографии (Аюи), закон рациональности отношений параметров;

1789 год, Христиан Самуэль Вейс, немецкий минералог и кристаллограф., сформулировал закон зон, связь между положением граней и ребер кристаллов;

1830 год, Ф.Гессель, французкий кристаллограф, минеролог показал, что существует всего 32 класса симметрии кристаллов;

1848 год, Огюст Браве́, французский физик, один из основателей современной кристаллографии, положил начало геометрической теории структуры кристаллов, нашел основные виды пространственных решёток (решетки Бравэ) и высказал гипотезу о том, что они построены из закономерно расположенных в пространстве точек;

1890 год, Ефграф Степанович Федоров, российский кристаллограф, сформулировал законы управляющие расположением атомов в кристаллах, сформулировал основные законы пространственных групп;

1891 год, Артур Шенфлис, немецкий физик, кристаллограф сформулировал законы симметрии в кристаллографии, показал, что существует всего 230 пространственных групп симметрии.

Пли́ний Старший — под этим именем известен **Гай Плиний Секунд** (23-70 н.э.)
Из всех сочинений Плиния дошла до нас только «Естественная история», представляющая собой энциклопедию всевозможных знаний, накопленных древним миром о природе и её произведениях. В 37 книгах своей энциклопедии Плиний касается следующих предметов: «Эссе о естественной истории» I: Предисловие, содержание, перечень источников. II: математика и физика III-VI: география и этнография VII: антропология и физиология VIII-XI: зоология XII-XXVII: ботаника и садоводство XXVIII-XXXII: фармакология XXXIII-XXXVII: горное дело, минералогия, искусство

Альберт Магнус (Albertus Magnus 1193-1280) - философ, теолог, естествоиспытатель. Альберт Магнус (Альберт Великий) родился в 1193 году в Лауингене близ Аугсбурга в Швабии. Учился в Падуанском университете, где попал под влияние Иордана Саксонского, второго магистра-генерала ордена братьев-проповедников (доминиканцев), который читал проповеди студентам в конце 1223 года. В возрасте шестнадцати с половиной лет, несмотря на противодействие отца и друзей, Альберт вступил в орден братьев-проповедников и обучался в доминиканских школах. Свою собственную преподавательскую деятельность начал в Кёльне в 1228 году.

1. Некоторые примеры природных кристаллов

Кристаллы кварца

Кристаллы кварца с примесью гематита

Танзанит

Класс минерала: Силикаты
Химическая формула: $Ca_2Al_3[O,OH/SiO_4/Si_2O_7]$
Твердость: 6,5-7

Плотность: 3,35
Цвет: сапфирово-синий до аметистово-фиолетового, зеленовато-голубой
Цвет черты: белая
Блеск: стеклянный
Прозрачность.: прозрачный, просвечивающий
Спайность: совершенная
Излом: неровный
Сингония: ромбическая
Минерал хрупкий?: Да
Ковкость.: Нет
Реакция на HCl: Нет
Плеохроизм кристалла: Нет
Иризация: Да
Магнитные свойства: Нет
Светопреломление: 1,691-1,700
Плеохроизм: Очень сильный пурпурный - синий - коричневый
Люминисценция: отсутствует

Гематит

Класс минерала: Оксиды
Химическая формула: Fe_2O_3
Твердость: 5,5-6,5

Плотность: 4,95-5,16
Цвет: черный, серовато-черный, буровато-красный
Цвет черты: темно-красная
Блеск: металлический
Прозрачность.: непрозрачный
Спайность: отсутствует
Излом: раковистый
Сингония: тригональная
Минерал хрупкий?: Да
Ковкость.: Нет
Реакция на HCl: Да
Плеохроизм кристалла: Нет
Иризация: Нет
Магнитные свойства: Да
Светопреломление: 2,94-3,22
Плеохроизм: отсутствует
Люминисценция: отсутствует
Описание:

Название происходит от греческого "haima" - кровь. Или, как еще его называют - **Кровавик**, "Гематит-кровавик". Такое название камню дали потому, что при обработке он очень интенсивно окрашивает охлаждающую воду в кроваво-красный цвет. Цвет минерала в порошке или черта темно-красная.

Азурит.

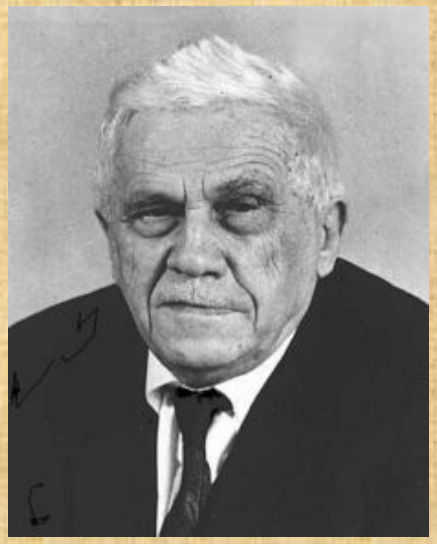
Класс минерала: Карбонаты.
Химическая формула: $2CuCO_3$-$Cu(OH)_2$
Твердость: 3,5 - 4
Плотность: 3,7
Цвет: Лазурно-синий, темно-синий, иногда в сплошных или землистых разновидностях: светло-синий, темно-голу
Цвет черты: небесно-голубая
Блеск: стеклянный
Прозрачность.: просвечивает или не прозрачен.
Спайность: совершенная
Излом: раковистый, неровный
Сингония: моноклинная

Аметист.

Класс минерала: Оксиды
Химическая формула: $\mathbf{SiO_2}$
Твердость: 7
Плотность: 2,6
Цвет: Окраска минерала различна: фиолетовая, от темно-пурпурной до розовой, кроваво-красная, лилово-фиолетовая.
Цвет черты: белая
Блеск: стеклянный, до жирного
Прозрачность.: Прозрачный, просвечивающий
Спайность: несовершенная
Излом: раковистый, неровный
Сингония: тригональная

Кристаллы льда (снежинки)

Бокий Георгий Борисович (1909-2001), [С.-Петербург], советский кристаллограф и кристаллохимик, член-корреспондент АН СССР (1958). Окончил Ленинградский горный институт в 1930. В 1930—58 работал в Институте общей и неорганической химии АН СССР. В 1939—63 преподавал в МГУ (с 1944 — профессор). С 1963 работает в институте радиоэлектроники АН СССР. Он был крупным организатором науки, состоял членом комиссий АН СССР по развитию академических филиалов, входил в состав Национального комитета советских кристаллографов (1954-1997 гг., с 1958 г. - заместитель председателя), в 1969-1990 гг. - член Научного совета ГКНТ СМ СССР по проблеме «Сверхтвердые синтетические и природные материалы» (с 1983 г. - заместитель председателя), председатель секции НС ГКНТ по природным алмазам.



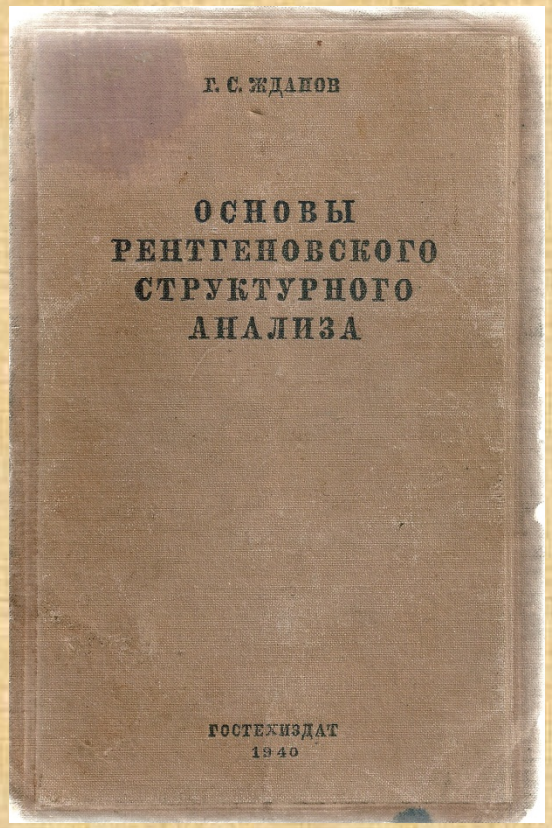
Николай Васильевич Бело’в (1891 - 1982) – советский, Российский кристаллограф и геохимик, академик АН СССР (1953), Герой Социалистического Труда (1969). Окончил Петроградский политехнический институт (1921). С 1938г. - руководитель структурного отдела Института кристаллографии АН СССР. С 1946г. - профессор Горьковского, а с 1953г. - Московского университетов.
В 1961 г. Николай Васильевич Белов - ученый с мировым именем, возглавил кафедру кристаллографии МГУ. Широта его интересов поражала окружающих, а образность мышления очаровывала. Этот период истории кафедры был годами её подъема и бурного развития. Основоположник отечественной школы структурной кристаллографии. Фундаментальные труды - по теории плотнейшей упаковки в кристаллах, кристаллохимии силикатов, методам расшифровки структур минералов. Под руководством Н. В. Белова выяснена структура свыше 100 силикатов и их аналогов. Им выведена 1651 группа антисимметрии, разработан и применен ряд прямых методов расшифровки структур. Структуры более чем 500 кристаллических веществ (в том числе более 200 минералов) были изучены под научным руководством Н.В.Белова. Именем Белова Н.В. назван минерал беловит .

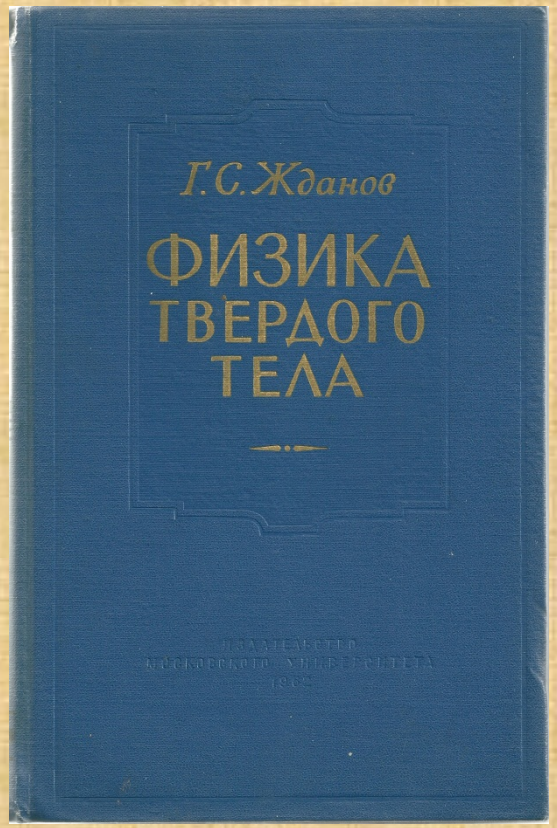
Александр Исаакович Китайгородский (1914—1985) — выдающийся физик-кристаллограф, известный популяризатор науки, доктор физико-математических наук (1946), профессор (1947). Сын известного инженера-химика, специалиста по силикатам и стеклу И. И. Китайгородского.

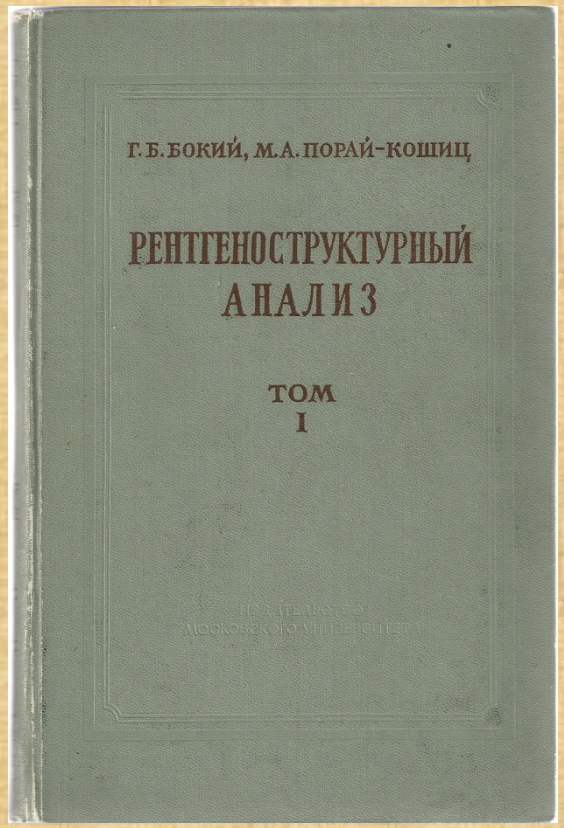
Герман Степанович Жданов (1906 -1991) родился в Санкт-Петербурге. В 1930 году Г.С.Жданов окончил физическое отделение Московского государственного университета им. М.В.Ломоносова по специальности радио-рентгенология. Он знал три языка: английский - разговаривал, немецкий и французский - читал. Опубликовал свыше 250 научных работ, более 10 учебников, учебных пособий и монографий. Имел 5 авторских свидетельств на изобретения. В эвакуации был старшим преподавателем кафедры высшей физики Военной академии бронетанковых и механизированных войск в Ташкенте (1942-1946 гг.). Далее его жизнь неразрывно переплелась с физическим факультетом. Он имел одиннадцать наград из них три ордена: два "Трудового красного знамени" и "Знак почета". Для физиков и химиков имя профессора Германа Степановича Жданова олицетворяет целую эпоху становления Советской школы рентгеноструктурного анализа кристаллов, металлофизики, физики твердого тела и применений дифракционных методов в исследовании материалов в промышленности. С его именем связана не только наука, но и то, что, может быть, не менее важно - подготовка научных кадров. Его учебники по рентгеновскому анализу и физике твердого тела оставались непревзойденными по методике изложения самых трудных проблем структурной физики твердого тела и кристаллов на протяжении десятилетий. В довоенное и после военное время (Великая Отечественная Война, 1941-1945 гг.) не было более знаменитых учебников и монографий, как написанных Г.С.Ждановым или с его участием. Г.С.Жданов создал учебные курсы, которые обладали мировыми достижениями. Его учебник "Физика твердого тела" переведен на японский, английский, испанский языки.

Физический факультет МГУ,
Каф. Физики твердого тела
Проф. Жданов Г.С.,
Проф.Иверонова В.И.,
Проф.Кацнельсон А.А.

Великие книги великих людей 20-ого века







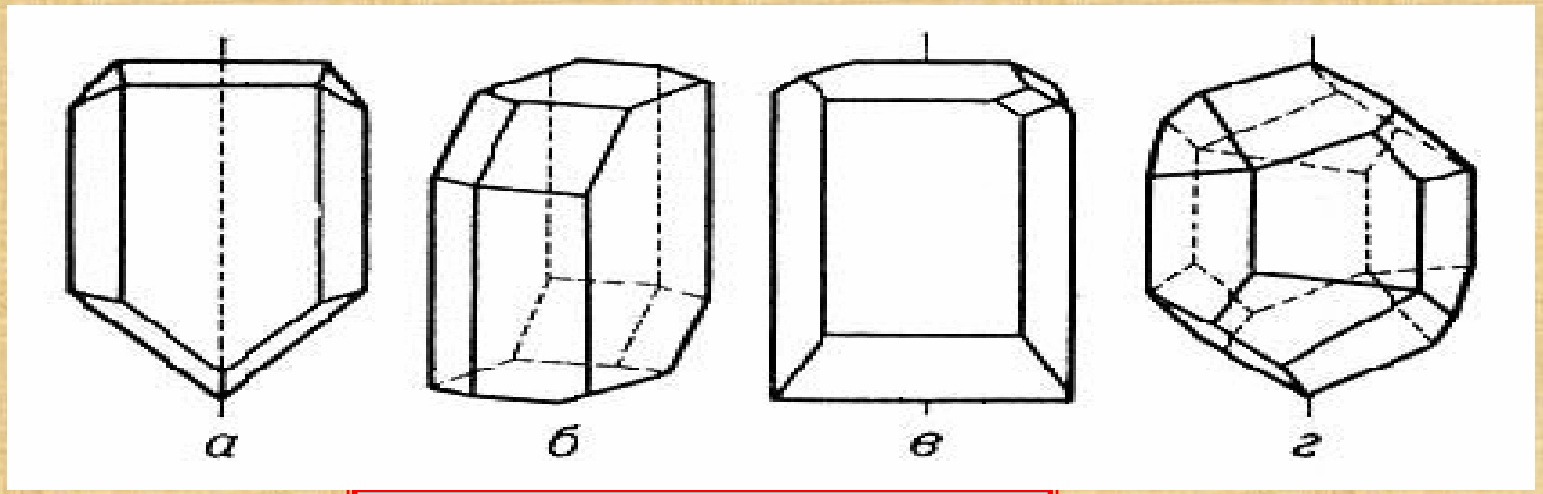
2. Экспериментальная геометрическая кристаллография

Первый закон кристаллографии

Анализ внешней формы многочисленных кристаллов показывает, что гранями кристаллов всегда являются плоскости, а ребра – прямыми линиями.

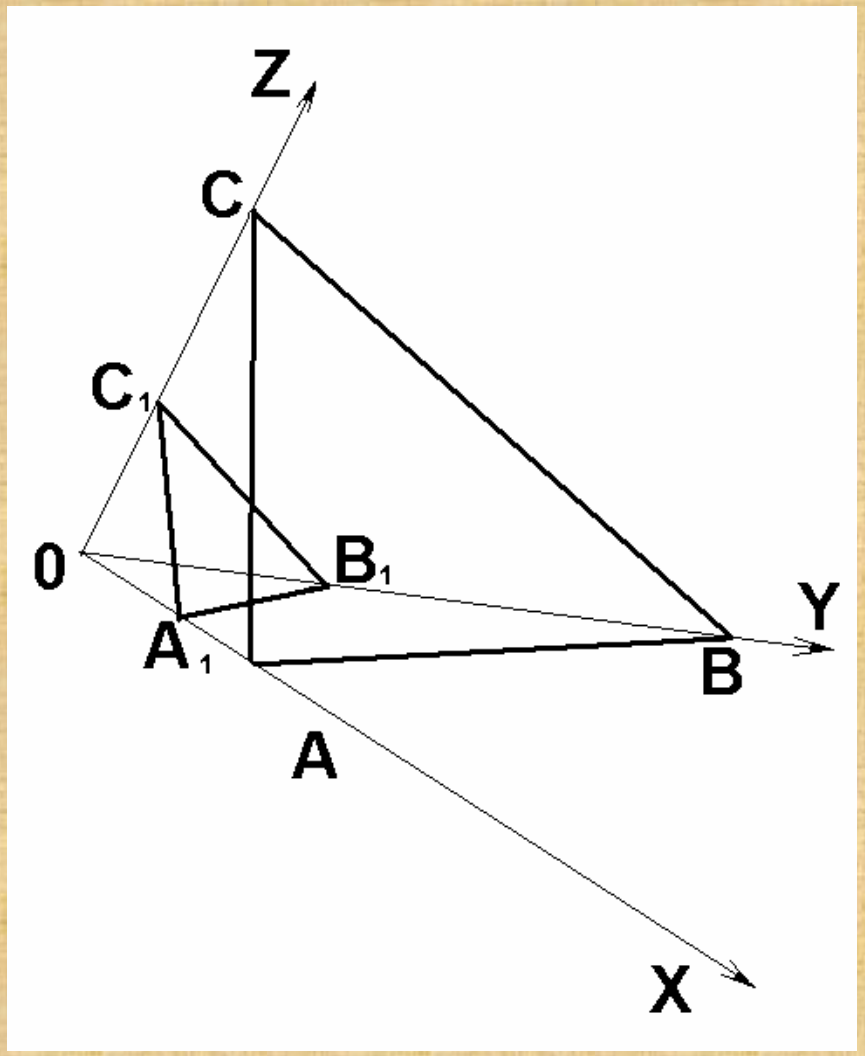
Закон постоянства углов в кристаллах (Закон Стенона и Ромэ-де-л'Иля, 1669 год)

В кристаллах одного и того же вещества величина и форма граней, их взаимные расстояния и даже их число могут меняться. Однако углы между соответствующими гранями и ребрами остаются при этом постоянными.



Грани+Вершины=ребра+2

Закон рациональных индексов (закон Р.Ж.Аюи, 1784)



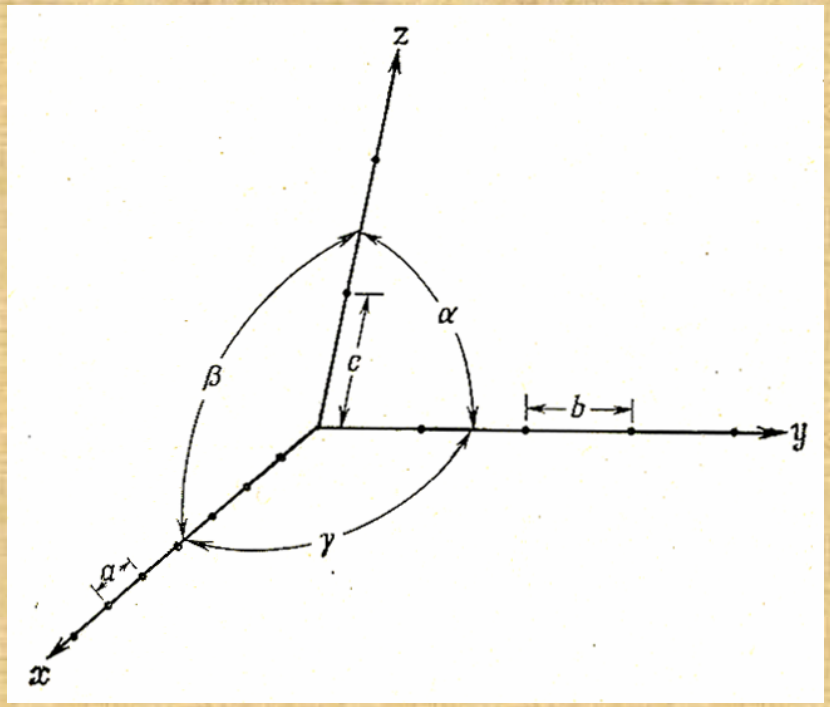
Плоскости ABC и $A_1B_1C_1$ не параллельны друг другу

Будем считать отрезки OA_1, OB_1, OC_1 за осевые масштабы. Тогда p,q,r – целые числа

$$\frac{OA}{OA_1} : \frac{OB}{OB_1} : \frac{OC}{OC_1} = p : q : r$$

Отношения отрезков, отсекаемых какой-либо гранью кристалла на кристаллографических осях и измеренные в осевых единицах, всегда равны отношениям простых целых чисел.

Принятая в кристаллографии система координат



a b ,c – масштабы по осям координат;
α β γ – углы между осями координат;
В общем случае система координат не обязательно прямоугольная!

3. Основные понятия теории симметрии кристаллов

Симметрия кристаллов - свойство кристаллов совмещаться с собой в различных положениях за счет поворотов, отражений, параллельных переносов либо части или комбинации этих операций.

В наиболее общей формулировке симметрия — инвариантность объектов при линейных преобразованиях описывающих их переменные.

При преобразованиях симметрии пространство не деформируется, а преобразуется как жёсткое целое (ортогональное, или изометрическое, преобразование). После преобразования симметрии части объекта, находившиеся в одном месте, совпадают с частями, находящимися в др. месте. Это означает, что в симметричном объекте есть равные части (совместимые или зеркальные).

$$F(x,y,z)$$

-Функция описывающая форму кристалла в трехмерном пространстве

$$\mathbf{g}[x,y,z] \rightarrow [X,Y,Z]$$

-оператор описывающий преобразование координат всех точек объекта, операция симметрии

$$\mathbf{g}\{F(x,y,z)\}$$

$$F(x,y,z) \equiv F(X,Y,Z)$$

Преобразование симметрии совмещает части объекта находящиеся в одном месте с частями находящимися в другом.

При преобразованиях симметрии пространство не деформируется, а преобразуется как жёсткое целое (ортогональное, или изометрическое, преобразование).

Оператор поворота на угол a = 360°/*N*
и оператор отражения в плоскости m

$$\mathbf{g}[x.y.z] = X, Y, Z$$

$$X = a_{11}x + a_{12}y + a_{13}z$$
$$Y = a_{21}x + a_{22}y + a_{23}z$$
$$Z = a_{31}x + a_{32}y + a_{33}z$$

$$\begin{Vmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{Vmatrix}$$

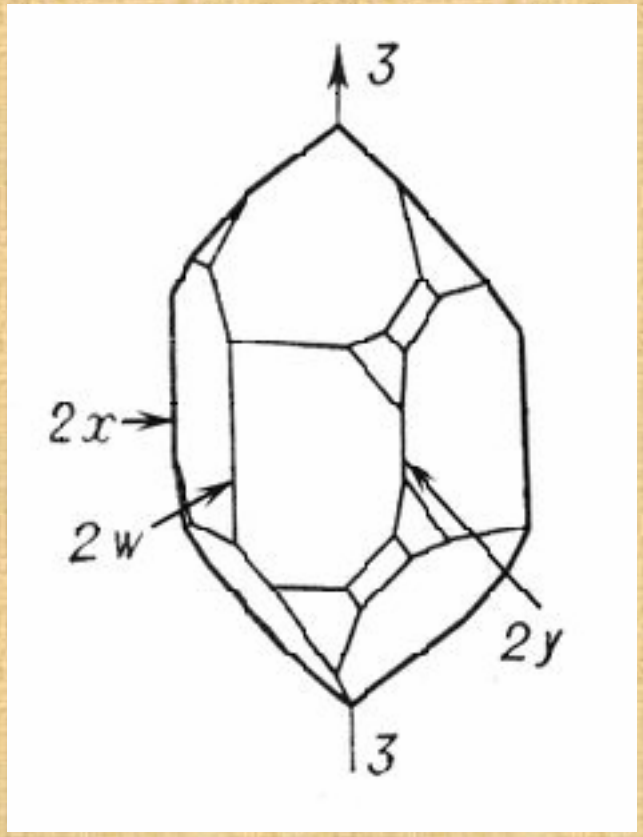
Например, оператор поворота вокруг оси *z* на угол α = 360°/*N* можно записать в виде матрицы коэффициентов:

$$\mathbf{g} = \begin{Vmatrix} \cos a & -\sin a & 0 \\ \sin a & \cos a & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{Vmatrix}$$

При отражении в плоскости симметрии xy оператор можно записать в виде:

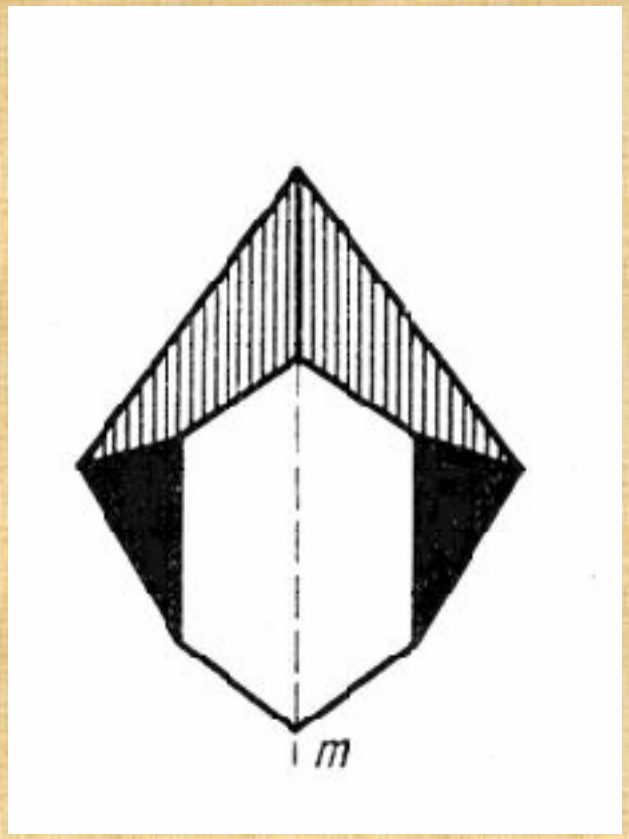
$$\mathbf{g} = \begin{Vmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{Vmatrix}$$

Примеры элементов симметрии для двух кристаллов



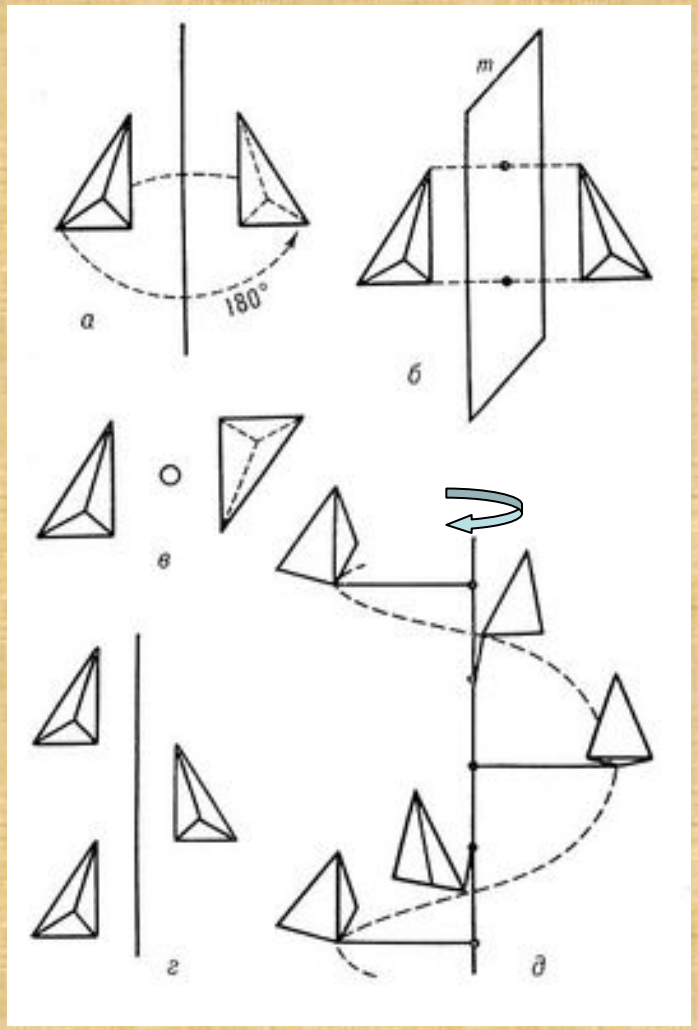
Внешний вид кристалла кварца
Цифрами обозначены:
3 – ось симметрии 3-его порядка,

2x,2y,2w – оси симметрии 2-ого порядка



Внешний вид кристалла метасиликата натрия, *m*-плоскость симметрии

Основные операции симметрии кристаллов



а) - поворот (ось симметрии 2-ого порядка);
б) - отражение (плоскость симметрии);
в) - инверсия (центр симметрии);
г) - скользящее отражение (плоскость скользящего отражения);
д) – винтовой поворот (винтовая ось 4-ого порядка)

$$\alpha_n = \frac{2\pi}{n}$$

$$n = 1, 2, 3, 4, 6$$

ось n=5 в кристаллах отсутствует!!!

***m* – зеркальная плоскость симметрии**

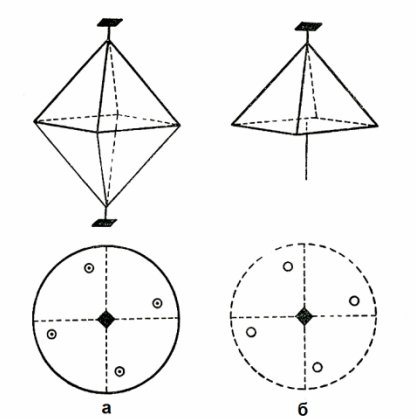
Обозначения кристаллографических классов

Символика Бравэ | **Символика Шенфлиса** | **Символика Германа — Могена**

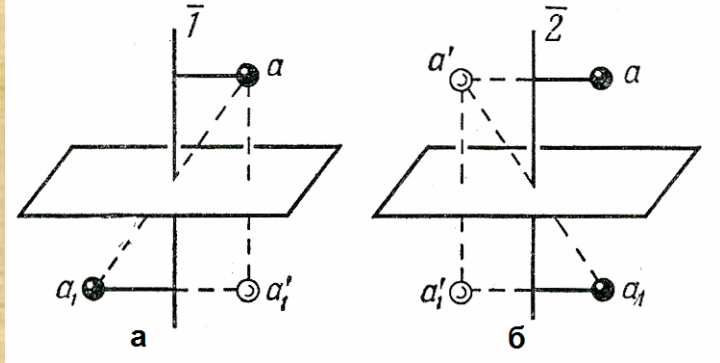
Символика Бравэ

Плоскости симметрии обозначаются буквами **P** или **m**

Оси симметрии обозначаются буквами G или L с индексами (L_1, L_2, L_3, L_4, L_6 индексы показывают порядок оси)



Оси симметрии, соединяющие одинаковые элементы огранки кристалла называются биполярными (а) в отличии от осей полярных,соединяющих разные элемнты огранки кристалла (б).
Обозначения L_{4p}



Возможны составные оси симметрии например инверсионные и зеркальны оси. Операции инверсии и отражения для оси идентичности (а) и оси второго порядка (б).
L_{1i}, L_{2i},…,L_{6i} – инверсионные оси
L_{1s}, L_{2s},…,L_{6s} – зеркальные оси

Обозначения кристаллографических классов

Символика Шенфлиса

При точечной симметрии одна точка сохраняет своё положение. В трехмерном пространстве существует 32 вида центральной симметрии. В символах Шенфлиса они описываются следующим образом:

Cn, циклические группы — группы с единственным особым направлением, представленным поворотной осью симметрии, — обозначаются буквой C, с нижним цифровым индексом n, соответствующим порядку этой оси.

Cni — группы с единственной инверсионной осью симметрии сопровождаются нижним индексом i.

Cv (от нем. *vertical* — вертикальный) — для плоскостей, расположенных вдоль единственной или главной оси симметрии, которая всегда мыслится вертикальной.

Ch (от нем. *horisontal* — горизонтальный) — для плоскости, перпендикулярной к главной оси симметрии.

S (от нем. *spiegel* — зеркало) — для плоскости неопределенной ориентации, то есть не фиксированной ввиду отсутствия в группе иных элементов симметрии

O,T — группы симметрии с несколькими осями высшего порядка — группы кубической сингонии — обозначаются буквой O в случае, если они содержат полный набор осей симметрии, или буквой T — если в группе отсутствуют диагональные оси симметрии.

Dn — является группой Cn с добавочной осью симметрии второго порядка, перпендикулярной исходной оси.

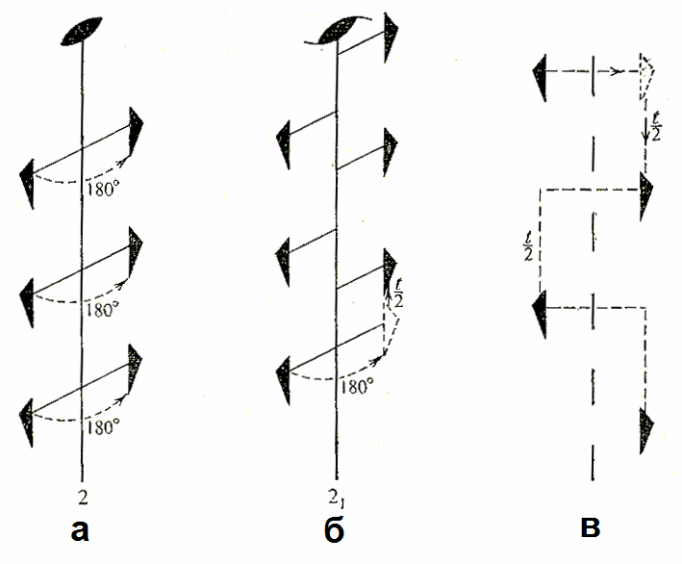
Dnh также имеет горизонтальную плоскость симметрии.

Dnv также имеет вертикальную плоскость симметрии; n может равнятся 1,2,3,4,6.

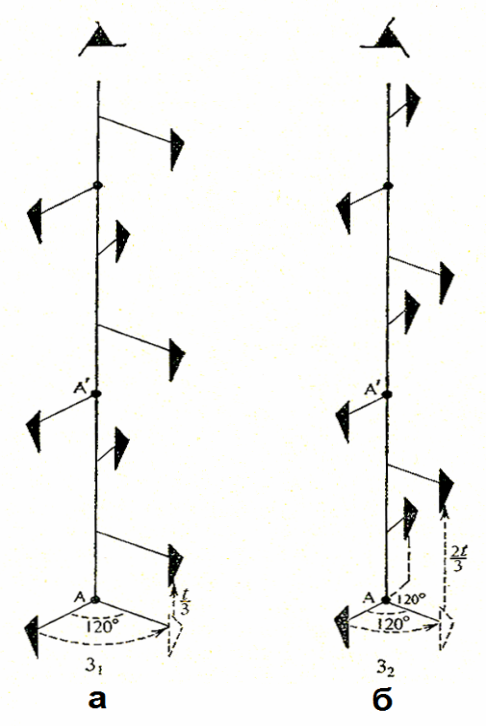
Обозначения кристаллографических классов

Символика Германа — Могена

Символ пространственной группы содержит символ решётки Браве (заглавную букву P, **A, B, C, I, R или F) и международный символ** точечной группы. **Символ решётки Браве обозначает** наличие дополнительных узлов трансляции внутри элементарной ячейки: P (primitive) — примитивная ячейка; A, B, C (A-centered, B-centered, C-centered) — дополнительный узел в центре грани A, B или C соответственно; I (I-centered) — объёмноцентрированная (дополнительный узел в центре ячейки), R (R-centered) — дважды объёмноцентрированная (два дополнительных узла на большой диагонали элементарной ячейки), F (F-centered) — гранецентрированная (дополнительные узлы в центрах всех граней).
Международный символ точечной группы в общем случае формируется из трёх символов, **обозначающих элементы симметрии,** отвечающие трём основным направлениям в кристаллической ячейке. Под элементом симметрии, отвечающим направлению, понимается либо ось симметрии, проходящая по этому направлению, либо перпендикулярная ему плоскость симметрии, либо и то, и другое (в этом случае они записываются через дробь, например, *2/c* — ось симметрии 2-го порядка и перпендикулярная ей плоскость скользящего отражения со сдвигом в направлении *c*). Под основными направлениями понимают:
направления базисных векторов ячейки в случае триклинной, моноклинной и ромбической сингонии;
направление оси 4-го порядка, направление одного из базисных векторов в основании элементарной ячейки и направление по диагонали основания ячейки в случае тетрагональной сингонии;
направление оси 3-го порядка или 6-го порядка, направление одного из базисных векторов в основании элементарной ячейки и направление вектора по диагонали элементарной ячейки под углом 60° к предыдущему в случае гексагональной сингонии (сюда же включается тригональная сингония, которая в этом случае приводится к гексагональной ориентации элементарной ячейки);
направление одного из базисных векторов, направление по пространственной диагонали элементарной ячейки и направление по биссектрисе угла между базисными векторами.
Символы Германа-Могена обычно сокращают, удаляя обозначения отсутствующих элементов симметрии по отдельным направлениям, когда это не создаёт неоднозначности, например, записывают P4 вместо P411. Также при отсутствии неоднозначности опускают обозначения осей второго порядка, которым перпендикулярны плоскости симметрии, например, заменяют на ***Cmmm***.



Повторение (размножение) объекта под действием поворотных осей и плоскости скользящего отражения.
(а)-простая ось второго порядка;
(б)-винтовая ось второго порядка;
(в)-плоскость скользящего отражения, перпендикулярная плоскости рисунка.



Действие винтовых осей третьего порядка.
(а)-действие оси 3_1;
(б)-действие оси 3_2.

Обозначения винтовых осей симметрии

Обозначения винтовых осей

Символ	Порядок оси	Трансляция	Характеристика
2_1	2	1/2	
3_1	3	1/3	Правая
3_2		1/3	Левая
4_1	4	1/4	Правая
4_2		1/2	Включает ось 2-го порядка
4_3		1/4	Левая
6_1	6	1/6	Правая
6_2		1/3	Правая, включает ось 2-го порядка
6_3		1/2	Включает ось 3-го порядка
6_4		1/3	Левая, включает ось 2-го порядка
6_5		1/6	Левая

Винтовые оси симметрии в кристаллах

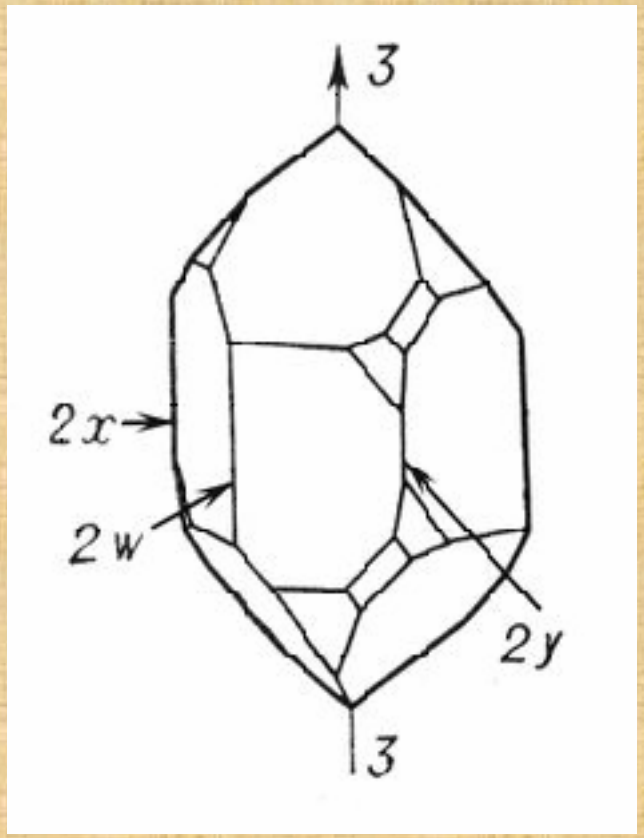
Наименования осей	Символы осей	Графическое обозначение	Трансляция [1]
Двойная винтовая	2_1		$^1/_2$
Тройные винтовые	3_1		$^1/_3$
	3_2		$^2/_3$
Четверные винтовые	4_1		$^1/_4$
	4_2		$^2/_4 = {}^1/_2$
	4_3		$^3/_4$
Шестерные винтовые	6_1		$^1/_6$
	6_2		$^2/_6 = {}^1/_3$
	6_3		$^3/_6 = {}^1/_2$
	6_4		$^4/_6 = {}^2/_3$
	6_5		$^5/_6$

[1] В единицах периода идентичности вдоль оси правозаходного винта.

Операции симметрии, элементы симметрии и их обозначения

Операция симметрии	Элемент симметрии	Обозначение		Координаты равнозначных (симметричных) точек	Кратность (число равнозначных точек)
		по Шенфлису	международное		
Отражение в плоскости	плоскость симметрии	C_s	m	xyz; $x\bar{y}z$ (плоскость m перпендикулярна оси Y)	2
Поворот около оси на угол α_n	ось симметрии	C_n	n	xyz; $\bar{x}\,\bar{y}z$ (ось C_2 совпадает с осью Z)	n
Инверсия в точке	центр симметрии	C_i	$i=\bar{1}$	xyz; $\bar{x}\,\bar{y}\,\bar{z}$ (центр симметрии в начале координат)	2
Поворот около оси и отражение в перпендикулярной плоскости	зеркально-поворотная ось	S_{2n}			
Поворот около оси и инверсия в центре симметрии, лежащем на оси	инверсионная ось		$\bar{n}$		n
Параллельный перенос	вектор переноса (трансляция) $\bar{a}$, $\bar{b}$, $\bar{c}$			$x=ma$; $y=na$; $z=pa$; m, n, p — целые числа	∞
Отражение в плоскости и перенос параллельно плоскости	плоскость скольжения		a, b, c n, d		»
Поворот около оси и перенос параллельно оси	винтовая ось		n_m $m=1, 2, \ldots, n$		»

Группа симметрии



Кристаллу может быть присуща не одна, а несколько операций симметрии. Так, кристалл кварца совмещается с собой не только при повороте на 120° вокруг оси 3-его порядка (операция g_1), но и при повороте вокруг оси 3 на 240° (операция g_2), а также при поворотах на 180° вокруг осей 2*x*, 2*y*, 2*w* (операции g_3, g_4 и g_5). Каждой операции симметрии может быть сопоставлен геометрический образ — элемент симметрии — прямая, плоскость или точка, относительно которой производится данная операция. Например, ось 3 или оси 2*x*, 2*y*, 2*w* являются осями симметрии, m - плоскостью зеркальной симметрии и т. п.

Совокупность операций симметрии $[g_1,..., g_n]$ для данного кристалла образует группу симметрии **G** в смысле математической теории групп. Число операций, образующих группу **G**, называется порядком группы ($\mathbf{G}_n$).

4. Внешняя форма (огранка) кристалла. Точечные группы симметрии

Совокупность операций симметрии, при которых остается неподвижной одна из точек кристалла, называются точечными группами симметрии. В кристаллографии для описания симметрии существует 32 точечные группы симметрии. Точечные группы симметрии описывают внешнюю форму кристалла.

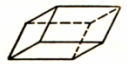
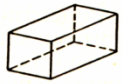
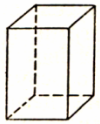
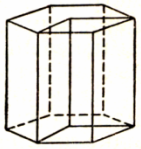
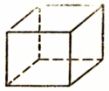
Операциями точечной симметрии являются: повороты вокруг оси симметрии порядка *N* на 360°/, отражение в плоскости симметрии (зеркальное отражение), инверсия (симметрия относительно точки), инверсионные повороты (комбинация поворота на 360°/*N* с одновременной инверсией). Вместо инверсионных поворотов иногда рассматривают зеркальные повороты. Геометрически возможные сочетания этих операций определяют ту или иную точечную группу, которые изображаются обычно в стереографической проекции. При преобразованиях точечной симметрии по крайней мере одна точка объекта остаётся неподвижной — преобразуется сама в себя. В ней пересекаются все элементы симметрии, и она является центром стереографической проекции.

Поскольку *N* может быть любым, число групп G_0^3 бесконечно. Однако в кристаллах ввиду наличия кристаллической решётки возможны только операции и соответственно оси симметрии до 6-го порядка **(кроме 5-го)**, которые обозначаются символами: *1*, *2*, *3*,*4*, *6*, а также инверсионные оси: (она же центр симметрии), = *m* (она же плоскость симметрии). Поэтому количество точечных кристаллографических групп, описывающих внешнюю форму кристаллов, ограничено. Эти 32 группы симметрии кристаллов приведены на следующем слайде в таблице. В международные обозначения точечных групп входят символы основных (порождающих) элементов симметрии, им присущих. Эти группы объединяются по симметрии формы элементарной ячейки (с периодами *a*, *b*, *c* и углами α, β, γ) в 7 *сингоний кристаллографических* — триклинную, моноклинную, ромбическую, тетрагональную, тригональную, гексагональную и кубическую.

Кристаллические классы (32 класса) и их распределения по сингониям (7 сингоний)

Сингония	Обозначения		Название	Соотношения констант элементарной ячеки	Основные элементы симметрии
	Символ Германа-Могена, Международный	Обозначения по Шенфлису			
Триклинная	1	C_1	Моноэдрическая	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Нет элементов симметрии
	$\overline{1}$	C_i	Пинакоидальная		
Моноклинная	2	C_2	Диэдрическая осевая	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Ось второго порядка или плоскость симметрии
	m	C_s	Диэдрическая безосная		
	2/m	C_{2h}	Призматическая		
Ромбическая	222	D2	Ромбо-тетраэдрическая	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Три взаимно-перпендикулярные оси второго порядка или две взаимно-перпендикулярные плоскости
	mm	C_{2v}	Ромбо-пирамидальная		
	mmm	D_{2h}	Ромбо-дипирамидальная		
Тетрагональная (квадратная)	4	C_4	Тетрагонально-пирамидальная	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	1 ось 4-порядка поворотная или инверсионная
	422	D_4	Тетрагонально-трапецоэдрическая		
	4/m	C_{4h}	Тетрагонально-дипирамидальная		
	4mm	C_{4v}	Дитетрагональная-пирамидальная		
	4/mmm	D_{4h}	Дитетрагональная-дипирамидальная		
	$\overline{4}$	S_4	Тетрагонально-тетраэдрическая		
	$\overline{4}2m$	D_{2d}	Тетрагонально-скаленоэдрическая		
Тригональная (ромбоэдрическая)	3	C_3	Тригонально-пирамидальная	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	1 ось 3-порядка поворотная или инверсионная
	32	D_3	Тригонально-трапецоэдрическая		
	3m	C_{3v}	Дитригонально-пирамидальная		
	$\overline{3}$	C_{3i}	Ромбоэдрическая		
	$\overline{3}m$	D_{3d}	Дитригонально- скаленоэдрическая		
	$\overline{6}$	C_{3h}	Тригонально- дипирамидальная		
Гексагональная		D_{3h}	Дитригонально-дипирамидальная	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	1 ось 6-порядка поворотная или инверсионная
	6	C_6	Гексагонально-пирамидальная		
	62	D_6	Гексагонально- трапецоэдрическая		
	6/m	C_{6h}	Гексагонально-дипирамидальная		
	6mm	C_{6v}	Дигексагонально-пирамидальная		
	6/mmm	D_{6h}	Дигексагонально-дипирамидальная		
Кубическая	23	T	Тритетраэдрическая	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	4 оси 3-порядка по диагоналям куба
	m3	T_h	Дидодекаэдрическая		
	$\overline{4}3m$	T_d	Гексатетраэдрическая		
	43	O	Триоктаэдрическая		

32 КЛАССА СИММЕТРИИ

Система	Символ Германа—Могена	Основные элементы симметрии	Модель
Триклинная	1 $\bar{1}$	Нет элементов симметрии	
Моноклинная	m 2 $2/m$	Ось 2-го порядка или плоскость симметрии	
Ромбическая	$2mm$ 222 $2/m\ 2/m\ 2/m$	3 взаимно-перпендикулярные оси 2-го порядка или 2 взаимно-перпендикулярные плоскости симметрии	
Тетрагональная (или квадратная)	4 $\bar{4}$ $4/m$ $\bar{4}2m$ $4mm$ 422 $4/m\ 2/m\ 2/m$	1 ось 4-го порядка поворотная или инверсионная	
Тригональная (или ромбоэдрическая)	3 $\bar{3}m$ 32 $\bar{3}2/m$	1 ось 3-го порядка поворотная или инверсионная	
Гексагональная	6 $\bar{6}$ $6/m$ $\bar{6}m2$ $6mm$ 622 $6/m\ 2/m\ 2/m$	1 ось 6-го порядка поворотная или инверсионная	
Кубическая	23 $2/m\ 3$ $\bar{4}3m$ 432 $4/m\ \bar{3}2/m$	4 оси 3-го порядка по диагоналям куба	

Обозначения 32 классов симметрии

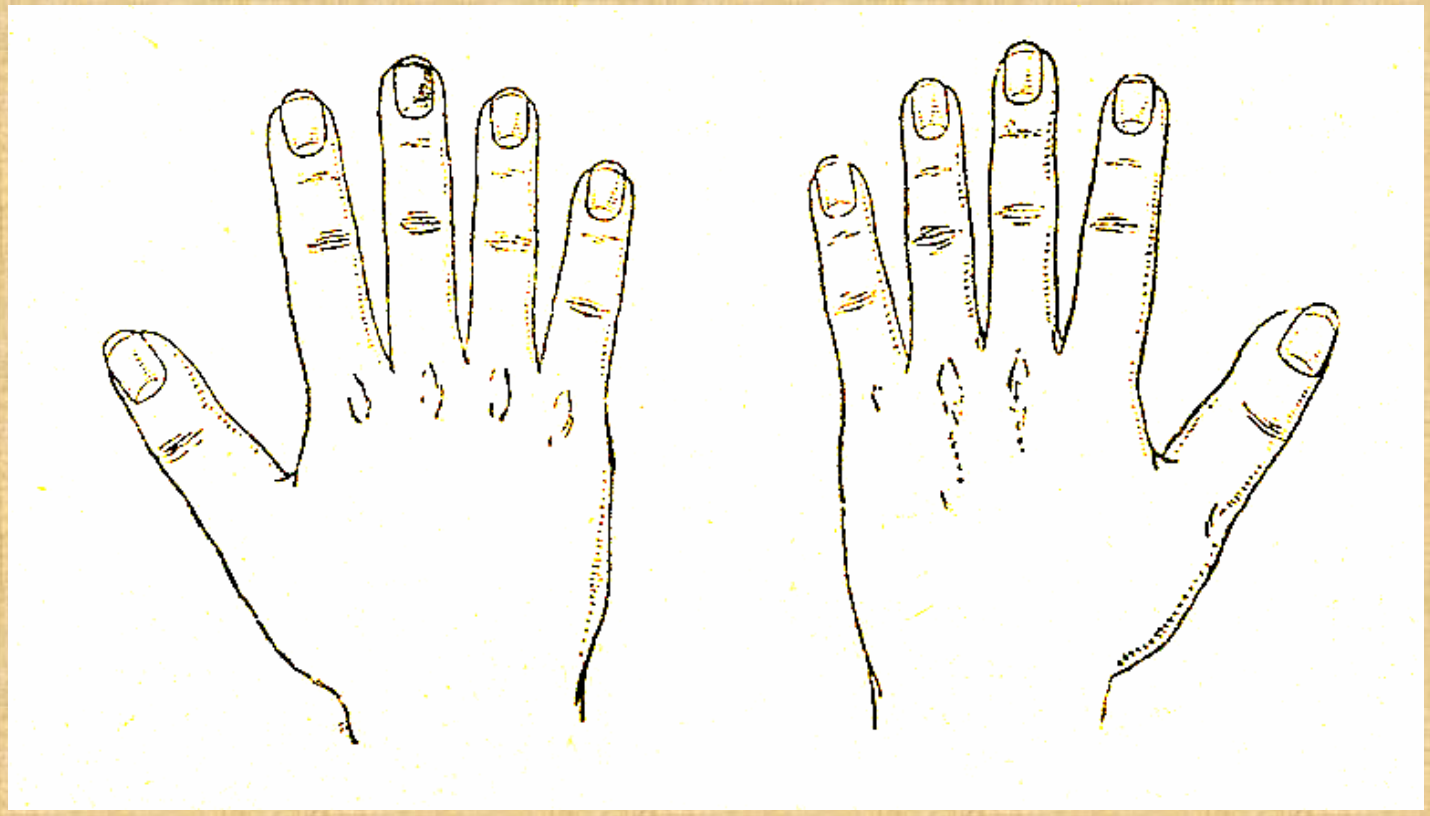
Сингония	Название класса	Формула симметрии по Браве	Обозначения класса симметрии		
			по Шенфлису	по Герману-Могену	по Шубникову
Триклинная	1. Моноэдрический (педиальный)	L_1	C_1	1	1
	2. Пинакоидальный	C	$C_i=S_2$	$\bar{1}$	$\bar{2}$
Моноклинная	3. Сфено-идальный (диэдрический осевой)	L_{2p}	C_2	2	2
	4. Доматический (диэдрический безосный)	P	C_s	m	m
	5. Призматический	L_2Pz	C_{2h}	$2/m$	$2:m$
Ромбическая	6. Ромбо-тетраэдрический (ромбо-бисфеноидальный	$3L_2$	$D_2=V$	222	$2:2$
	7. Ромбо-пирамидальный	$L_{2p}2P$	C_{2v}	$mm2$	$2.m$
	8. Ромбо-бипирамидальный	$3L_23Pz$	$D_{2h}=V_h$	mmm	$m.2:m$
Тетрагональная	9. Тетрагонально-пирамидальный	L_{4p}	C_4	4	4
	10. Тетрагонально-биптрамидальный	L_4Pz	C_{4h}	$4/m$	$4:m$
	11. Тетрагонально-трапецоэдрический	L_44L_2	D_4	422	$4:2$
	12. Дитетрагонально-пирамидальный	$L_{4p}4P$	C_{4v}	$4mm$	$4.m$
	13. Дитетрагонально-бипирамидальный	L_44L_25Pz	D_{4h}	$4/mmm$	$m.4:m$
	14. Тетрагонально-тетраэдрический (тетрагонально-бисфеноидальный)	L_{4i} ($\rightleftarrows L_2$)	S_4	$\bar{4}$	$\bar{4}$
	15. Тетрагонально-скаленоэдрический	$L_{4i}2L_22P$	$D_{2d}=V_d$	$\bar{4}2m$	$\bar{4}.m$
Тригональная	16. Тригонально-пирамидальный	L_{3p}	C_3	3	3
	17. Ромбоэдрический	$L_{3i}z$	$C_{3i}=S_6$	$\bar{3}$	$\bar{6}$
	18. Тригонально-трапецоэдрический	L_33L_2	D_3	32	$3:2$
	19. Дитригонально-пирамидальный	$L_{3p}3P$	C_{3v}	$3m$	$3.m$
	20. Дитригонально-скаленоэдрический	$L_{3i}3L_23Pz$	D_{3d}	$\bar{3}m$	$\bar{6}.m$
Гексагональная	21. Гексагонально-пирамидальный	L_{6p}	C_6	6	6
	22. Гексагонально-бипирамидальный	L_6Pz	C_{6h}	$6/m$	$6:m$
	23. Гексагонально-трапецоэдрический	L_66L_2	D_6	622	$6:2$
	24. Дигексагонально-пирамидальный	$L_{6p}6P$	C_{6v}	$6mm$	$6.m$
	25. Дигексагонально-бипирамидальный	L_66L_27Pz	D_{6h}	$6/mmm$	$m.6:m$
	26. Тригонально-бипирамидальный	L_3P	C_{3h}	$\bar{6}$	$3:m$
	27. Дитригонально-бипирамидальный	L_33L_24P	D_{3h}	$\bar{6}m2$	$m.3:m$
Кубическая	28. Тритетраэдрический (пентагонтритетраэдрический)	$3L_24L_{3p}$	T	23	$3/2$
	29. Дидодекаэдрический	$3L_24L_33Pz$	T_h	$m3$	$\bar{6}/2$
	30. Триоктаэдрический (пентагонтриоктаэдрический)	$3L_44L_36L_2$	O	432	$\bar{3}/4$
	31. Гексатетраэдрический	$3L_{4i}4L_{3p}6P$	T_d	$\bar{4}3m$	$3/\bar{4}$
	32. Гексооктаэдрический	$3L_44L_36L_29Pz$	O_h	$m3m$	$\bar{6}/4$

Группы, содержащие лишь повороты, описывают кристаллы, состоящие только из совместимо равных частей. Эти группы называются группами 1-го рода.

Группы, содержащие отражения, или инверсионные повороты, описывают кристаллы, в которых есть зеркально равные части (но могут быть и совместимо равные части). Эти группы называются группами 2-го рода.

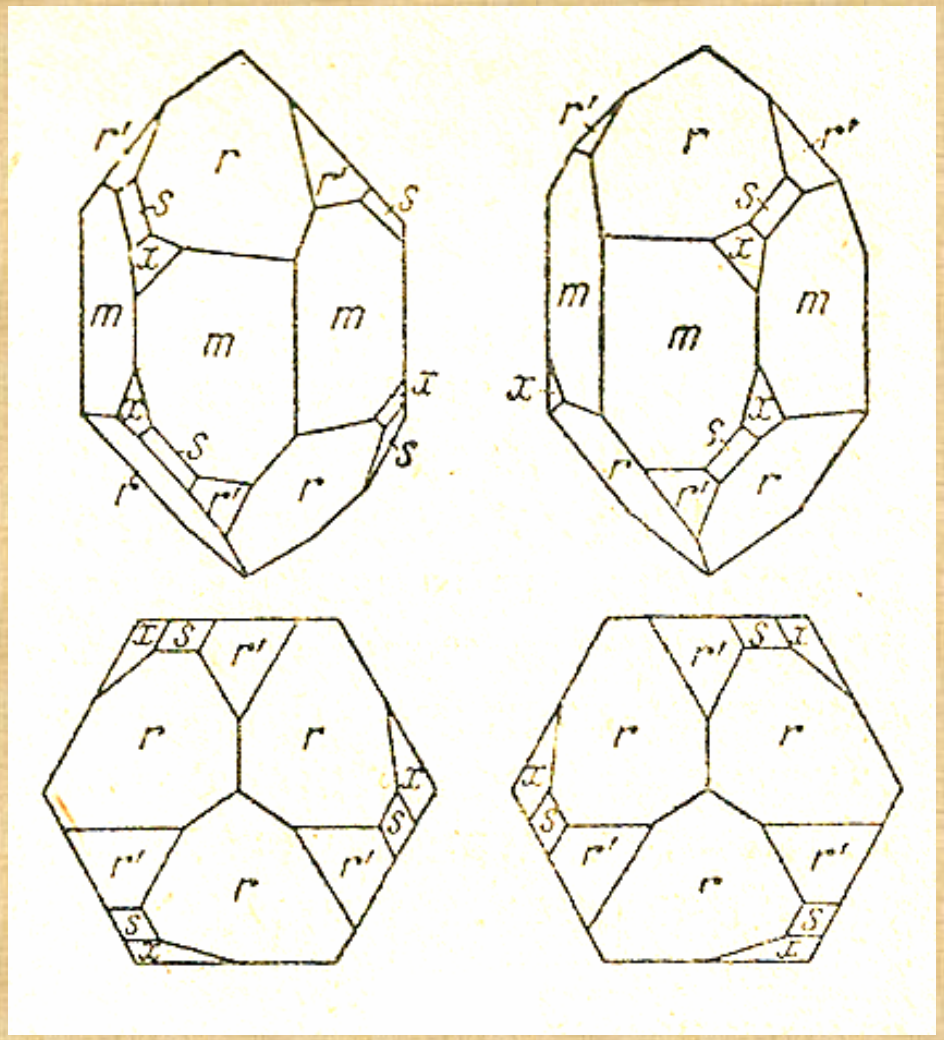
Кристаллы, описываемые группами 1-го рода, могут кристаллизоваться в двух энантиоморфных формах, условно называемых «правой» и «левой», каждая из них не содержит элементов симметрии 2-го рода, но они зеркально равны друг другу (см. *Энантиоморфизм*, *Кварц*).

Примеры энантиоморфных тел в природе



Зеркальная симметрия

Примеры энантиоморфных кристаллов

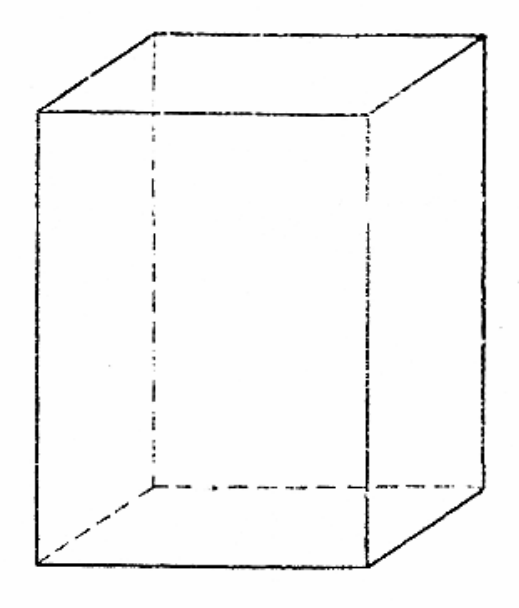


Правый и левый кристаллы кварца. Одинаковыми буквами обозначены эквивалентные грани.

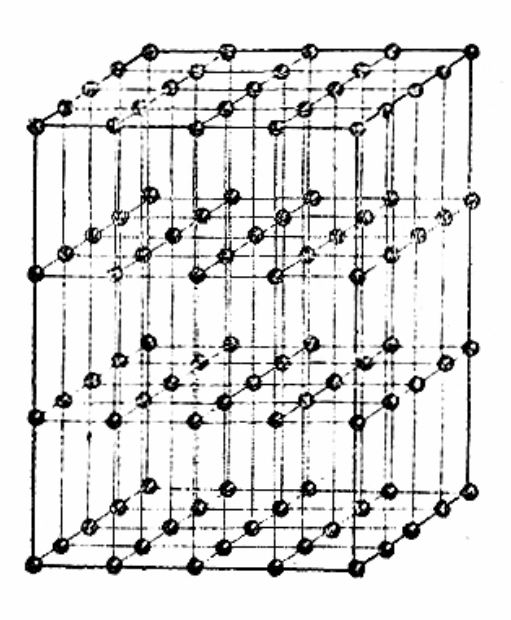
5. Пространственная симметрия атомной структуры кристаллов

Пространственная симметрия атомной структуры кристаллов (кристаллической решётки) описывается пространственными группами симметрии $\mathbf{G}_3^3$. Характерными для решётки операциями являются три некомпланарных переноса **a**,**b**,**c**, называемых трансляциями, которые задают трёхмерную периодичность атомной структуры кристаллов. Сдвиг (перенос) структуры на векторы **a**,**b**,**c** или любой вектор **T**= *m***a** + *n***b** + *p***c**, где *m*, *n*, *p* — любые целые положительные или отрицательные числа, совмещает структуру кристалла с собой, и следовательно, является операцией симметрии, удовлетворяющей условиям. Параллелепипед, построенный на векторах **a**, **b** и **c**, называется параллелепипедом повторяемости или элементарной ячейкой кристалла. В элементарной ячейке содержится некоторая минимальная группировка атомов, «размножение» которой операциями симметрии, в том числе трансляциями, образует кристаллическую решётку. Элементарная ячейка и размещение в ней атомов устанавливается методами *рентгеновского структурного анализа*, *электронографии* или *нейтронографии*.

Внешняя форма и внутренняя структура кристалла

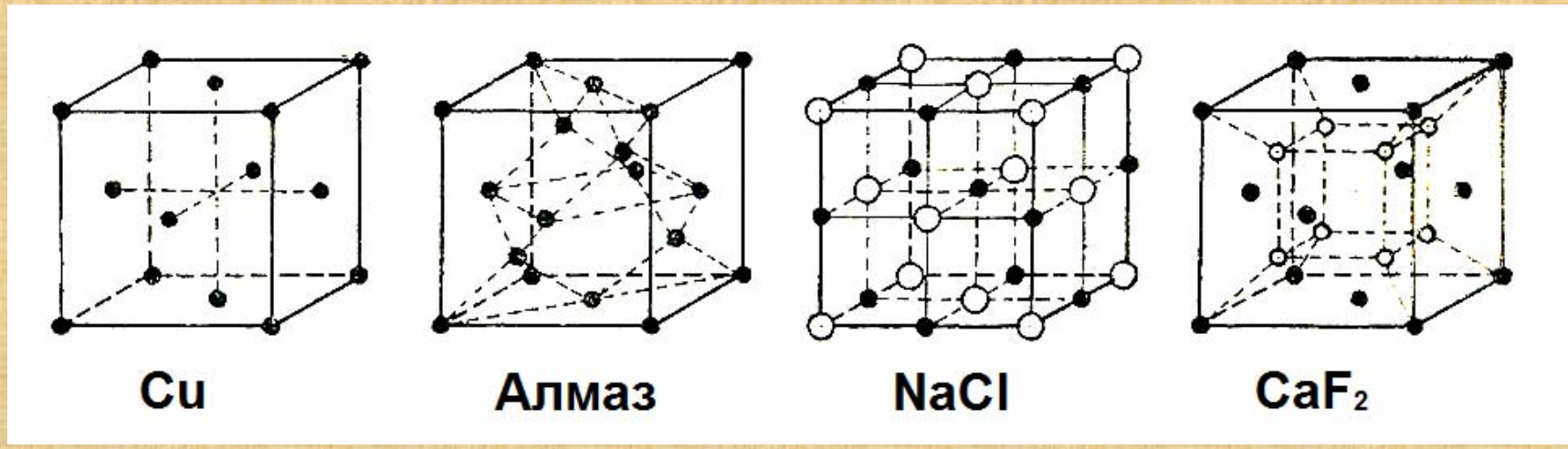


Многогранник

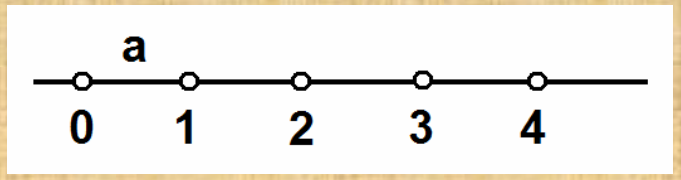


Кристаллическая решетка

Примеры некоторых кристаллических структур

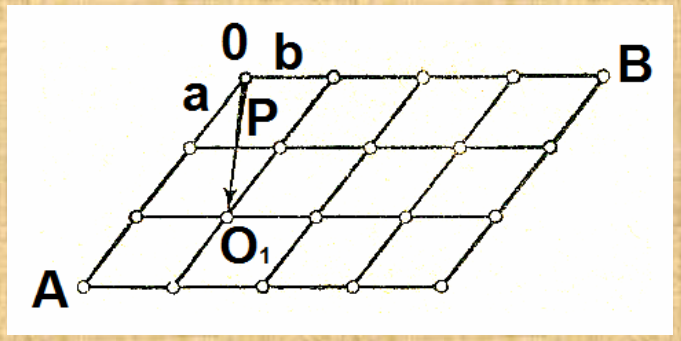


Трансляционная симметрия



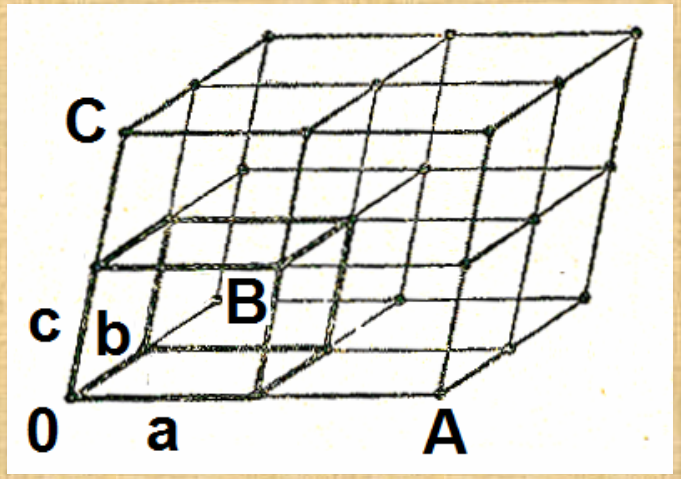
$$\mathbf{T} = m\mathbf{a}$$

Одномерная простая решетка



$$\mathbf{T} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b}$$

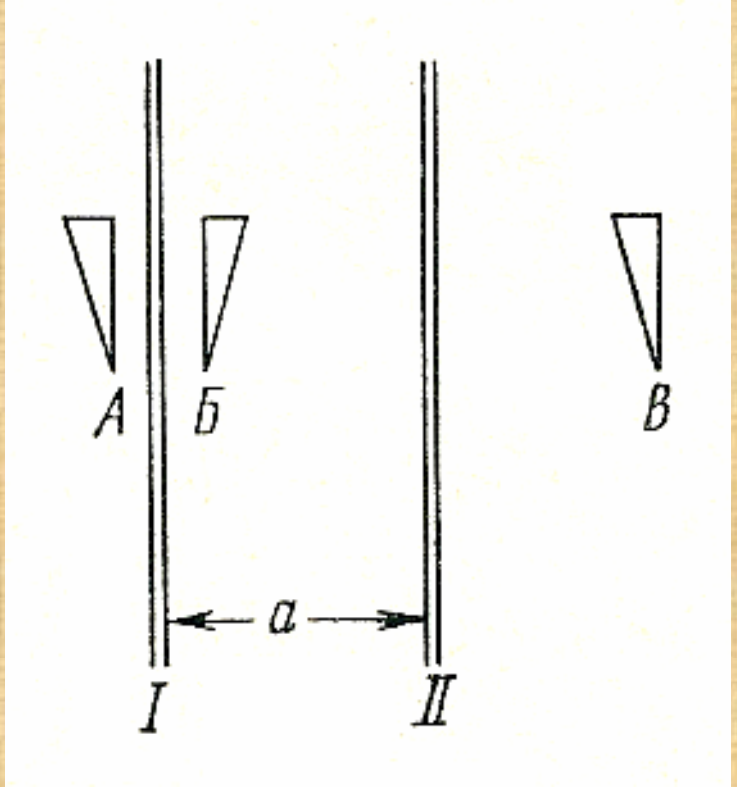
Двумерная простая решетка



$$\mathbf{T} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$$

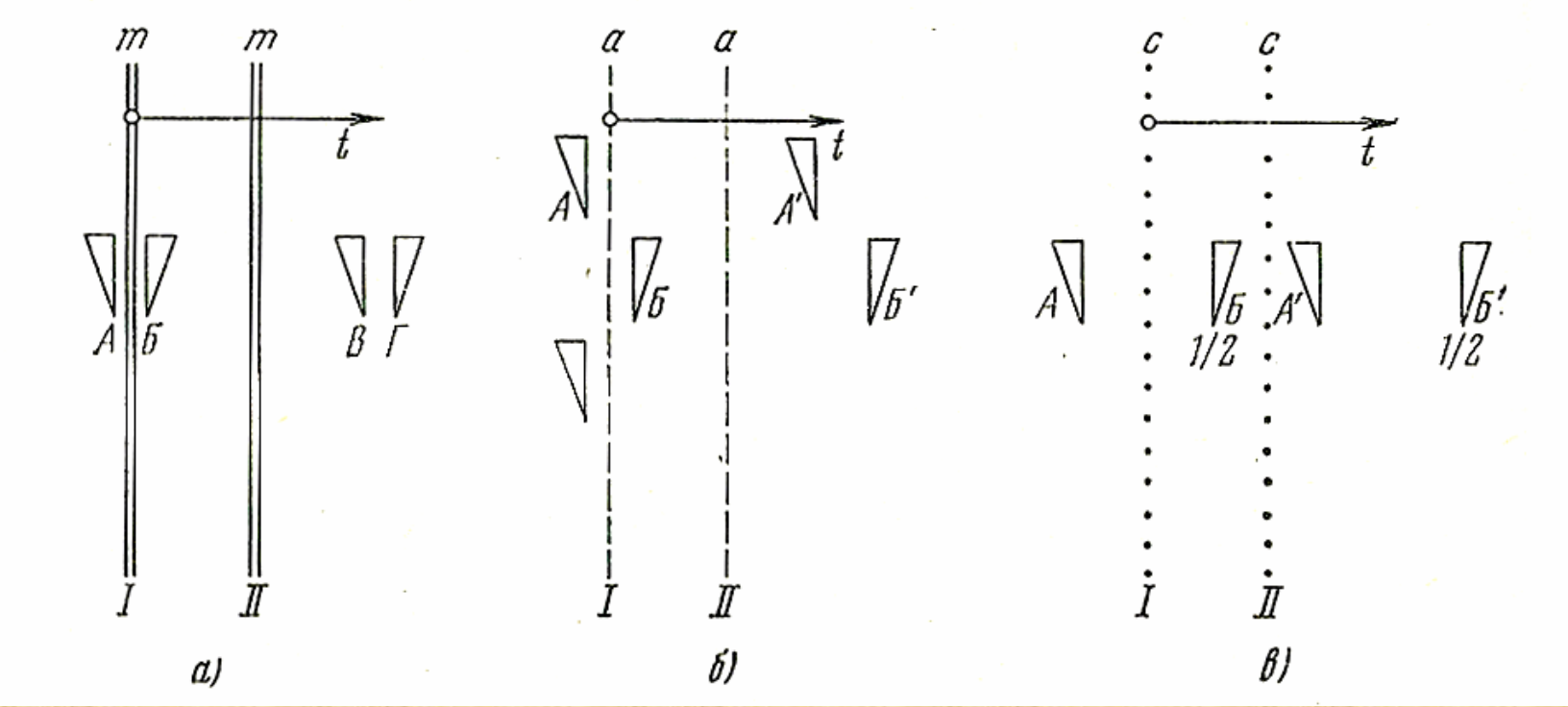
Трехмерная простая решетка

Взаимодействие операций симметрии



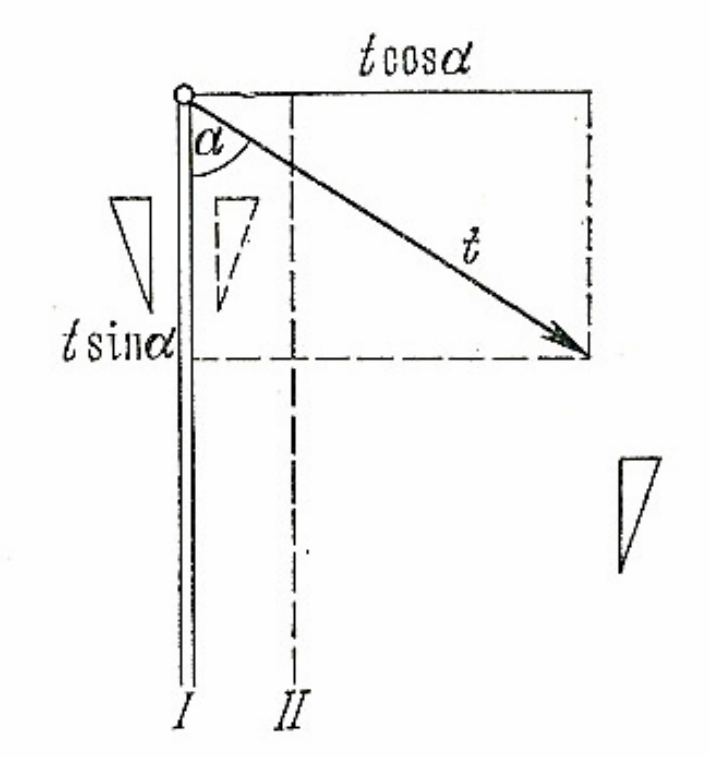
Две плоскости зеркального отражения эквивалентны трансляции на вектор T=2a

Взаимодействие операций симметрии



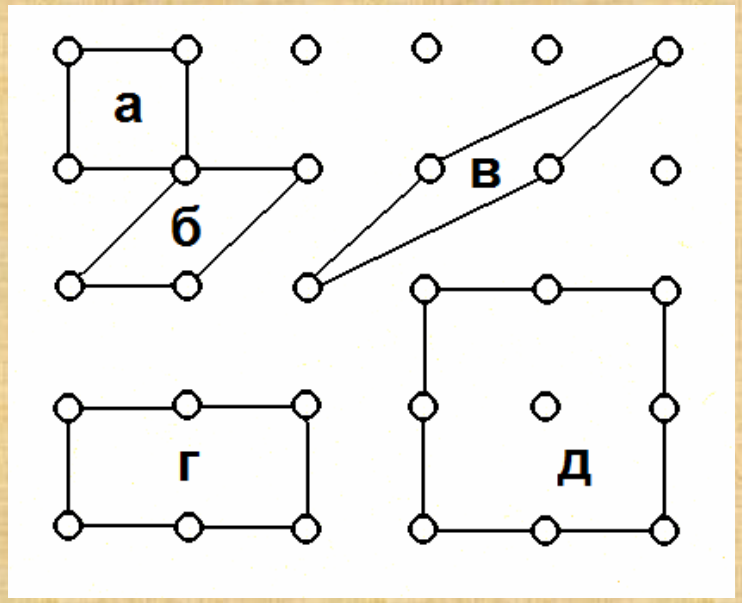
Плоскость симметрии и перпендикулярная к ней трансляция порождают одноименную вставленную плоскость. Плоскость симметрии -а); плоскость скользящего отражения с переносом в плоскости чертежа – б); плоскость скользящего отражения с переносом перпендикулярным к плоскости рисунка –в).

Взаимодействие операций симметрии

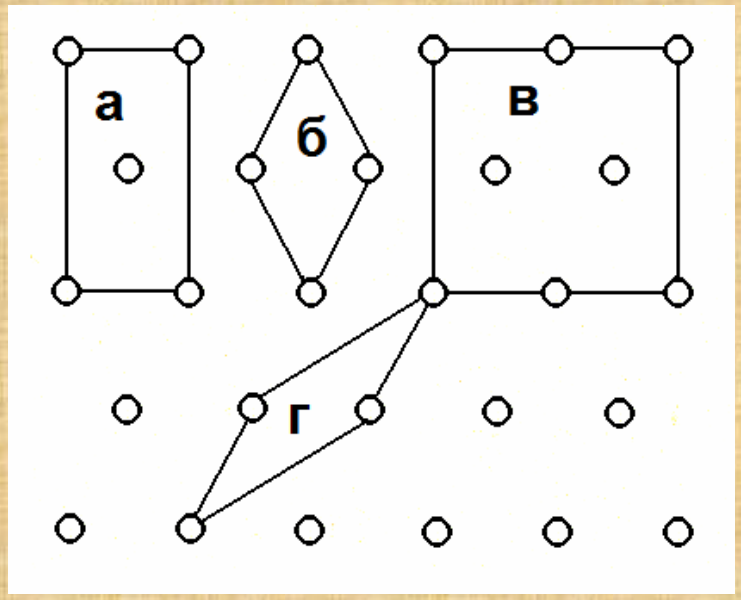


Плоскость зеркального отражения *m* и трансляция *t* составляющая с ней угол α порождают плоскость скользящего отражения.

Правила выбора элементарной ячейки (ячейка Бравэ) в кристаллической структуре



Тетрагональная решетка

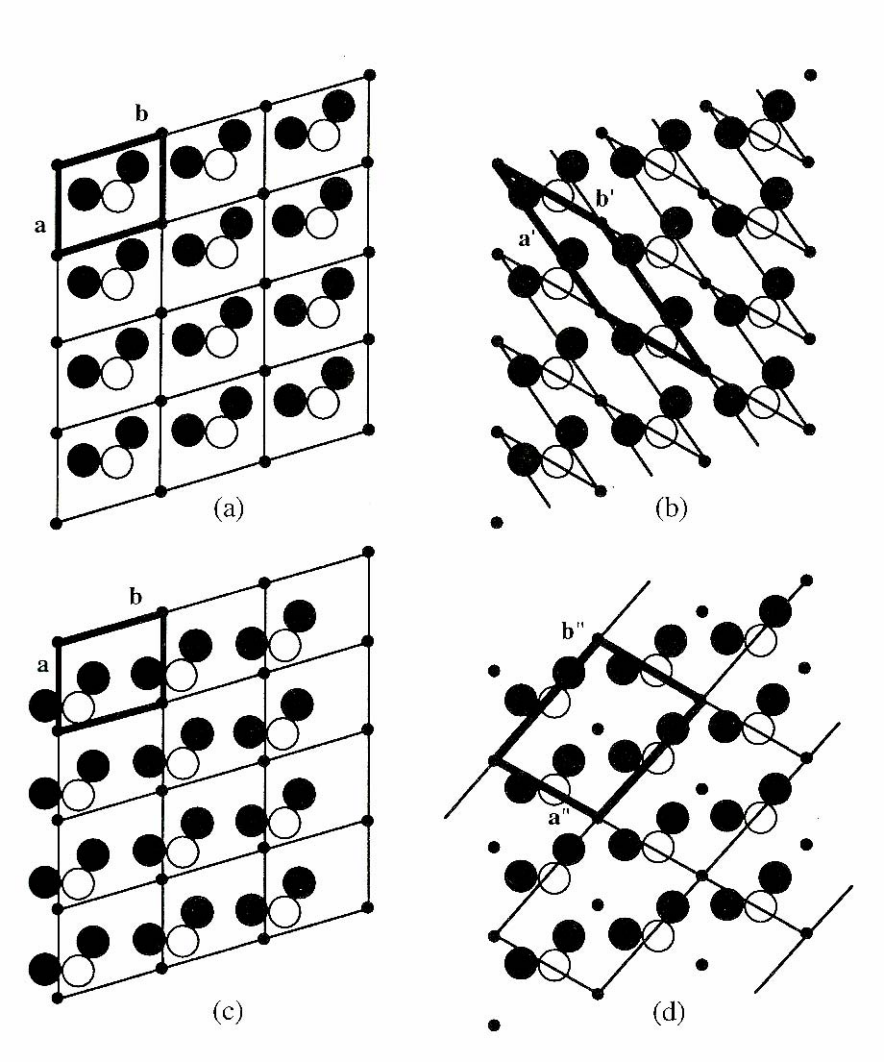


Ромбическая решетка

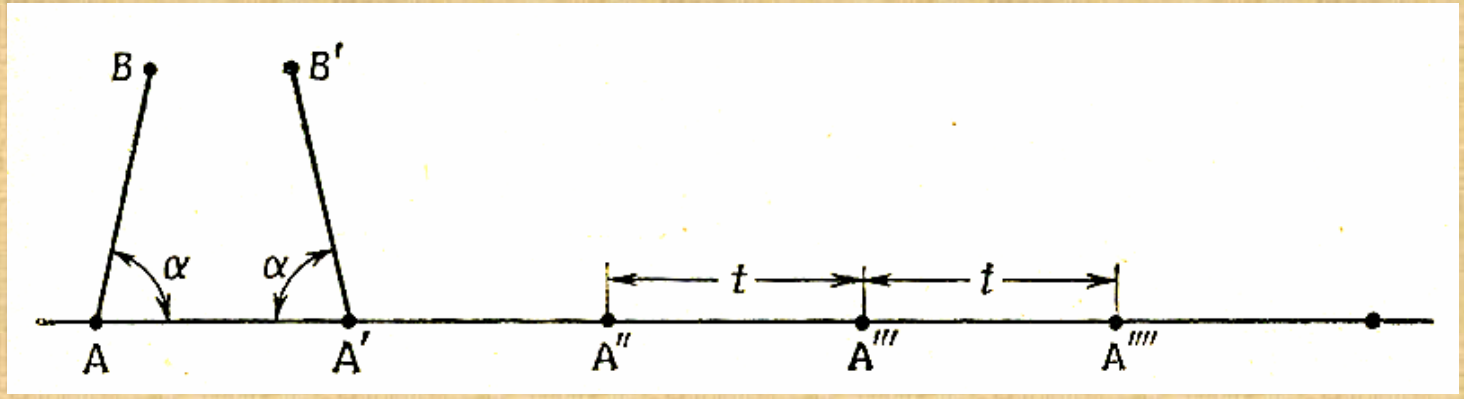
Правила выбора элементарной ячейки

1. Сингония выбранной ячейки должна быть такая же, как и сингония всей решетки;
2. Число прямых углов между ребрамиячейки должно быть максимальным;
3. При соблюдении первых двух условий объем ячейки должен быть минимальным.

Выбор элементарной ячейки



Запрет на существование оси симметрии 5-ого порядка в кристаллических решетках



Рассмотрим двумерную решетку один из узловых рядов которой A, A’, A’’, A’’’. Вектор трансляции вдоль этого ряда **t.** Предположим, что n-кратная ось симметрии проходит перпендикулярно плоскости рисунка в узловых точках ряда. Тогда точка A должна повторится в точке B, а точка A’ – в точке B’. Угол поворота определяется кратностью оси симметрии $a=2\pi/n$. Точки B и B’ определяют ряд решетки параллельный ряду AA’. Тогда расстояние между точками BB’ должно составлять целое число t, т.е. Nt.

$$t - 2t \cdot \cos\alpha = Nt$$

$$\cos\alpha = \frac{1-N}{2}$$

$$-1 \le \cos\alpha \le 1$$

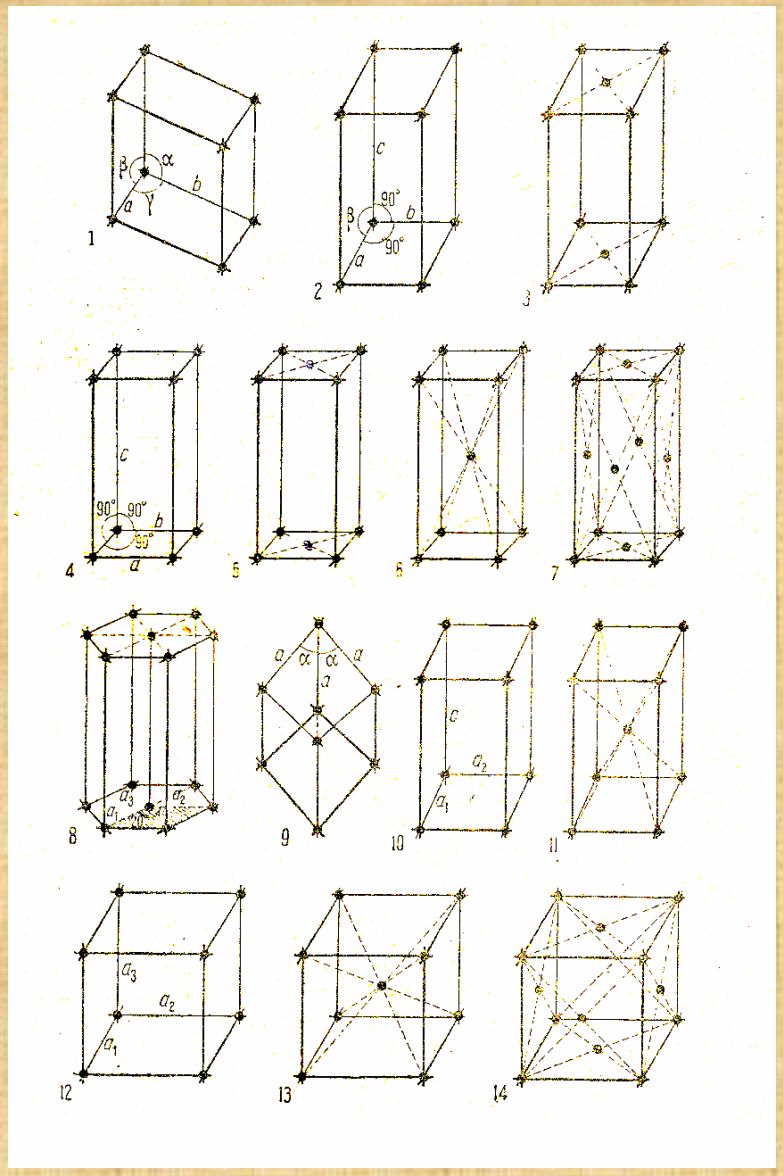
N	-1	0	1	2	3
cosα	1	0,5	0	-0,5	-1
α	0^0	60^0	90^0	120^0	180^0

Возможные решения соответствуют осям симметрии первого, второго, третьего четвертого и шестого порядков.

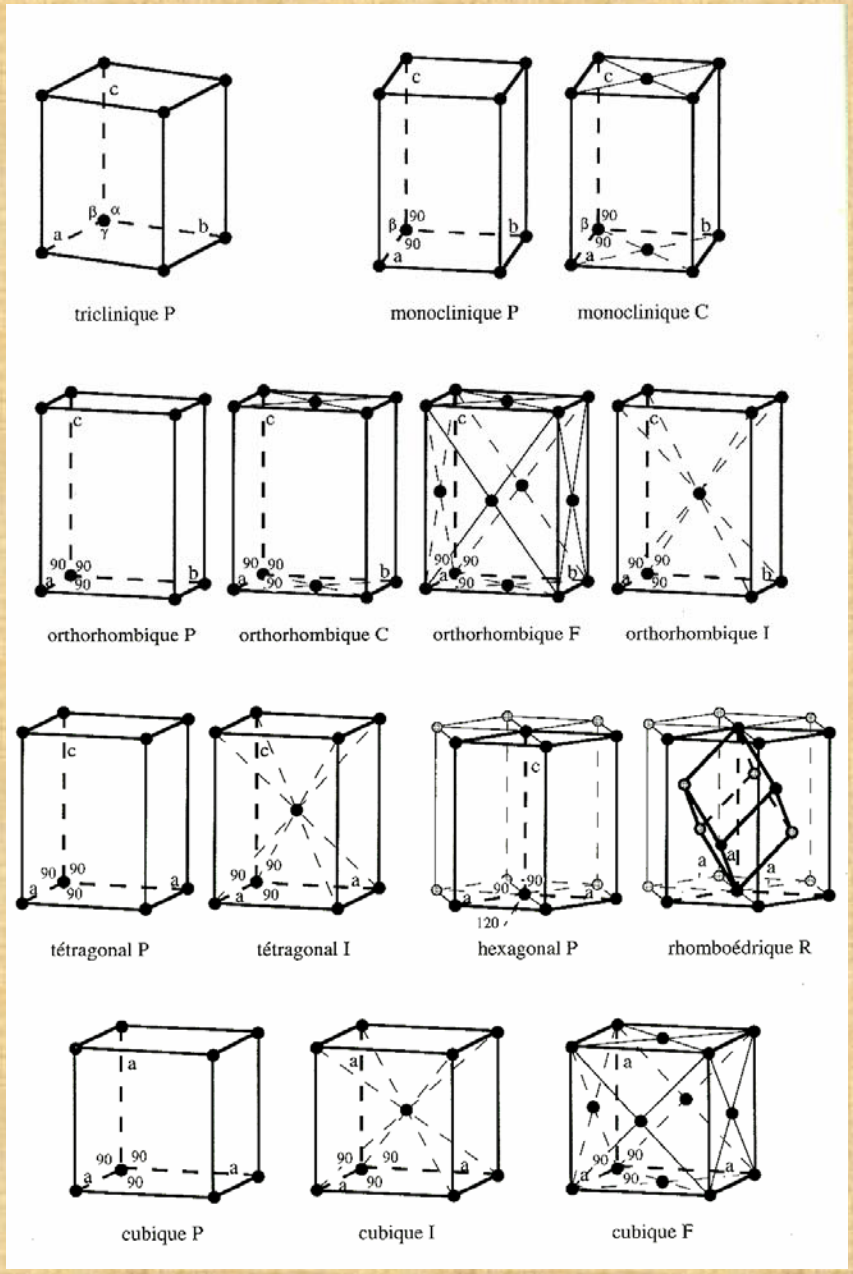
Для описания кристаллов используют различные группы симметрии, из которых важнейшими являются *пространственные группы* симметрии, описывающие атомную структуру кристаллов, и *точечные группы* симметрии, описывающие их внешнюю форму. Последние называются также кристаллографическими классами (**32** класса симметрии). Эти группы объединяются по симметрии формы элементарной ячейки (с периодами *a*, *b*, *c* и углами α, β, γ) в **7** *кристаллографических сингоний* — триклинную, моноклинную, ромбическую, тетрагональную, тригональную, гексагональную и кубическую.

Всего известно 230 пространственных (фёдоровских) групп симметрии , и любой кристалл относится к одной из этих групп!!! Трансляционные компоненты элементов микросимметрии макроскопически не проявляются, например винтовая ось в огранке кристаллов проявляется как соответствующая по порядку простая поворотная ось. Поэтому каждая из 230 групп макроскопически сходственна с одной из 32 точечных групп. Например, точечной группе *mmm* или D_{2h} сходственны 28 пространственных групп. Совокупность переносов, присущих данной пространственной группе, есть её трансляционная подгруппа, или *Браве решётка*; таких решёток существует всего 14.

Распределение 14 решеток БРАВЭ по 7-и сингониям (кристаллическим классам)

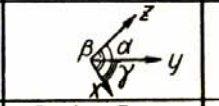
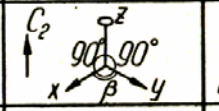
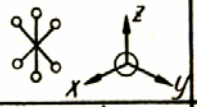
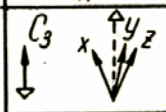
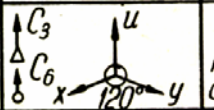
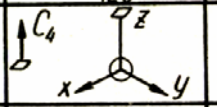
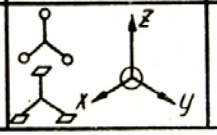


1. 1 - Триклинная
2. 2,3 - Моноклинная
3. 4,5,6,7 - Ромбическая
4. 8 - Гексагональная
5. 9 - Ромбоэдрическая
6. 10,11 -Тетрагональная
7. 12, 13, 14 - Кубическая



Распределение 14 решеток БРАВЭ по 7-и сингониям (кристаллическим классам)

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ (СИНГОНИИ) И РЕШЕТКИ БРАВЭ

N	Кристаллическая система (сингония)	Главная ось симметрии	Обозначение	Расположение осей симметрии и направление осей координат	Элементарная ячейка, ее ребра и углы	Решетки Бравэ			
						Простые (примитивные) [[000]] z=1	Сложные: базо-центр. [[000; 1/2 1/2 0]] z=2	Сложные: объемно-центр. [[000; 1/2 1/2 1/2]] z=2	Сложные: гране-центр. [[000; 1/2 1/2 0; 1/2 0 1/2; 0 1/2 1/2]] z=4
1	Триклинная	C_1	tr		Косоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha \neq \beta \neq \gamma$	Γ_{tr}	—	—	—
2	Моноклинная	C_2	m		Прямая призма, в ее основании параллелограмм $a \neq b \neq c$, $\alpha = \gamma = 90° \neq \beta$	Γ_m	—	Γ_m'	
3	Ромбическая	$3C_2$ *	o		Прямоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_o	Γ_o'	Γ_o''	Γ_o'
4	Ромбоэдрическая	C_3	rh		Ромбоэдр $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	Γ_{rh}	—	—	—
5	Гексагональная	C_3 ** или C_6	h		Прямая призма, в ее основании правильный ромб $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = 90°$ $\gamma = 120°$	Γ_h	—	—	—
6	Тетрагональная	C_4	t		Квадратная призма $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_t	—	Γ_t'	
7	Кубическая	$3C_2$ *** или $3C_4$	c		Куб $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_c	—	Γ_c'	Γ_c''

*) Оси симметрии неэквивалентны

**) В отличие от ромбоэдрических кристаллов здесь основные трансляции перпендикулярны к главной оси

***) Оси симметрии эквивалентны

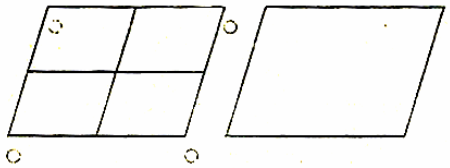
17 плоских пространственных групп

Двумерные решетки, точечные группы и пространственные группы

Система и символ решетки	Точечная группа	Символ пространственной группы		Номер пространственной группы
		полный	краткий	
Параллелограмматическая; *p* (примитивная)	1	*p*1	*p*1	1
	2	*p*211	*p*2	2
Прямоугольная; *p* (примитивная) и *c* (центрированная)	*m*	*p*1*m*1	*pm*	3
		*p*1*g*1	*pg*	4
		*c*1*m*1	*cm*	5
	2*mm*	*p*2*mm*	*pmm*	6
		*p*2*mg*	*pmg*	7
		*p*2*gg*	*pgg*	8
		*c*2*mm*	*cmm*	9
Квадратная; *p*	4	*p*4	*p*4	10
	4*mm*	*p*4*mm*	*p*4*m*	11
		*p*4*gm*	*p*4*g*	12
Правильная треугольная (гексагональная); *p*	3	*p*3	*p*3	13
	3*m*	*p*3*m*1	*p*3*m*1	14
		*p*31*m*	*p*31*m*	15
	6	*p*6	*p*6	16
	6*mm*	*p*6*mm*	*p*6*m*	17

Замечание: Две различные группы *p*3*m*1 и *p*31*m* соответствуют двум различным ориентировкам точечной группы по отношению к решетке. В остальных случаях от этого не получаются различные группы.

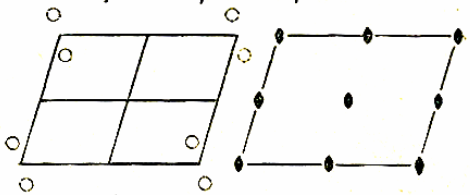
№1 p1 1 Параллелограмматическая



Начало координат на оси 1
Координаты эквивалентных позиций:

1 1 x, y

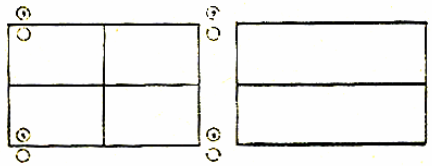
№2 p2 2 Параллелограмматическая



Начало координат в точке выхода оси 2
Координаты эквивалентных позиций:

2 1 $x, y; \bar{x}, \bar{y}$
1 2 $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$
1 2 $\frac{1}{2}, 0$
1 2 $0, \frac{1}{2}$
1 2 $0, 0$

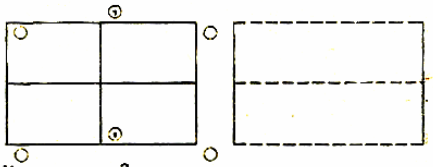
№3 pm m Прямоугольная



Начало координат на m
Координаты эквивалентных позиций:

2 1 $x, y; \bar{x}, y$
1 m $\frac{1}{2}, y$
1 m $0, y$

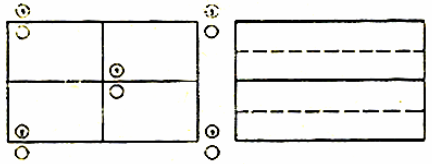
№4 pg m Прямоугольная



Начало координат на g
Координаты эквивалентных позиций:

2 1 $x, y; \bar{x}, \frac{1}{2}+y$

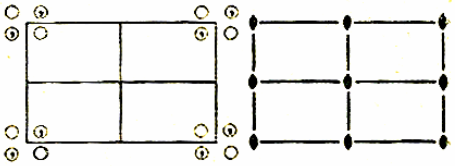
№5 cm m Прямоугольная



Начало координат на m
Координаты эквивалентных позиций:

$(0, 0; \frac{1}{2}, \frac{1}{2})+$
4 1 $x, y; \bar{x}, y$
2 m $0, y$

№6 pmm mm Прямоугольная



Начало координат в точке 2mm
Координаты эквивалентных позиций:

4 1 $x, y; \bar{x}, y; \bar{x}, \bar{y}; x, \bar{y}$
2 m $\frac{1}{2}, y; \frac{1}{2}, \bar{y}$
2 m $0, y; 0, \bar{y}$
2 m $x, \frac{1}{2}; \bar{x}, \frac{1}{2}$
2 m $x, 0; \bar{x}, 0$
1 mm $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$
1 mm $\frac{1}{2}, 0$
1 mm $0, \frac{1}{2}$
1 mm $0, 0$

6 примеров из 17 плоских существующих пространственных групп

На каждом рисунке указаны (слева направо)

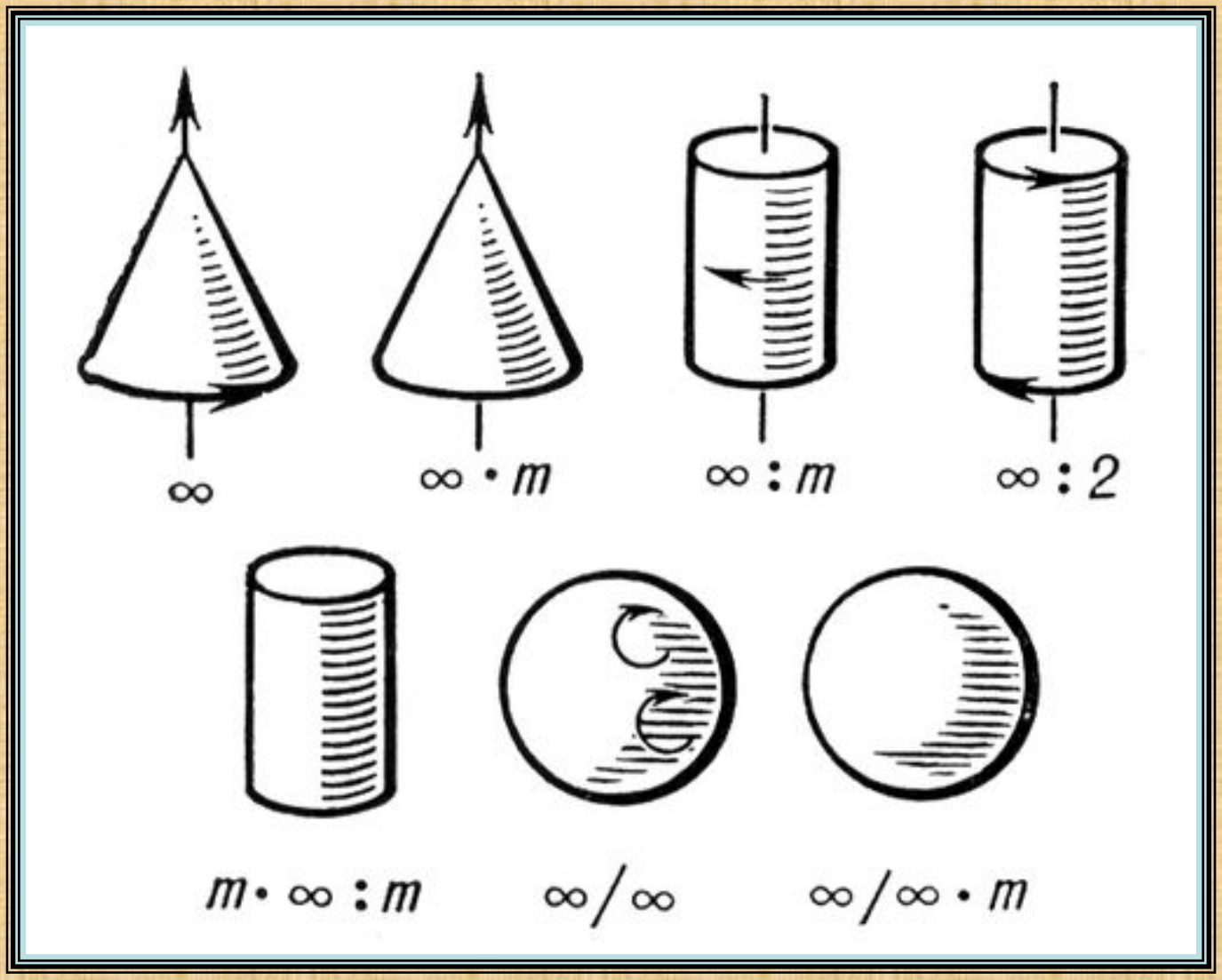
1) номер группы по порядку;
2) сокращенный международный символ;
3) точечная группа;
4) тип решетки;

Под рисунками указано положение начала координат, а в столбцах (слева направо)

а) - число эквивалентных позиций;
б) - точечная группа симметрии;
в) - координаты эквивалентных позиций.

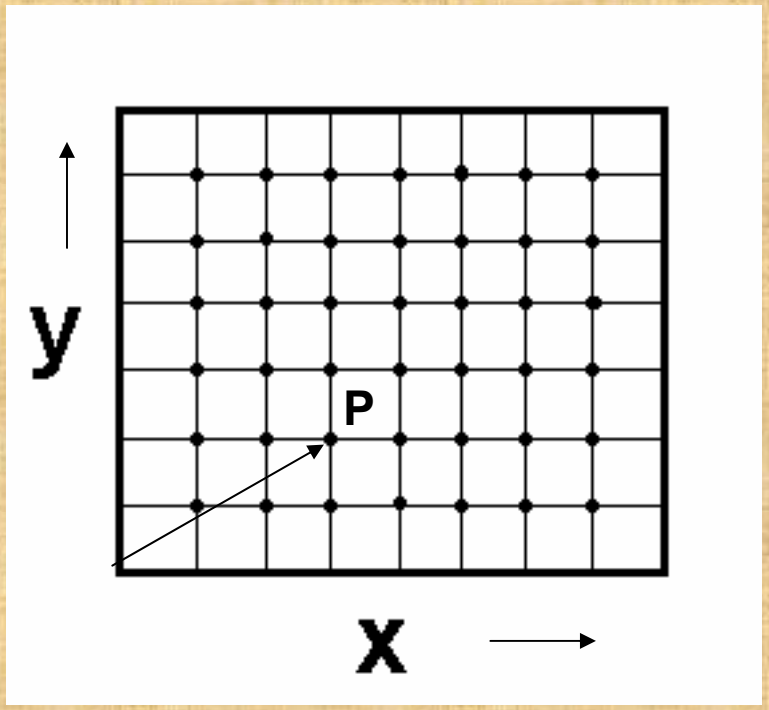
Координаты позиций x,y выражаются в единицах равных длине соответствующих ребер элементарной ячейки (т.е.периодам решетки вдоль осей x,y).

ПРЕДЕЛЬНЫЕ ГРУППЫ СИММЕТРИИ



6. Кристаллографические обозначения

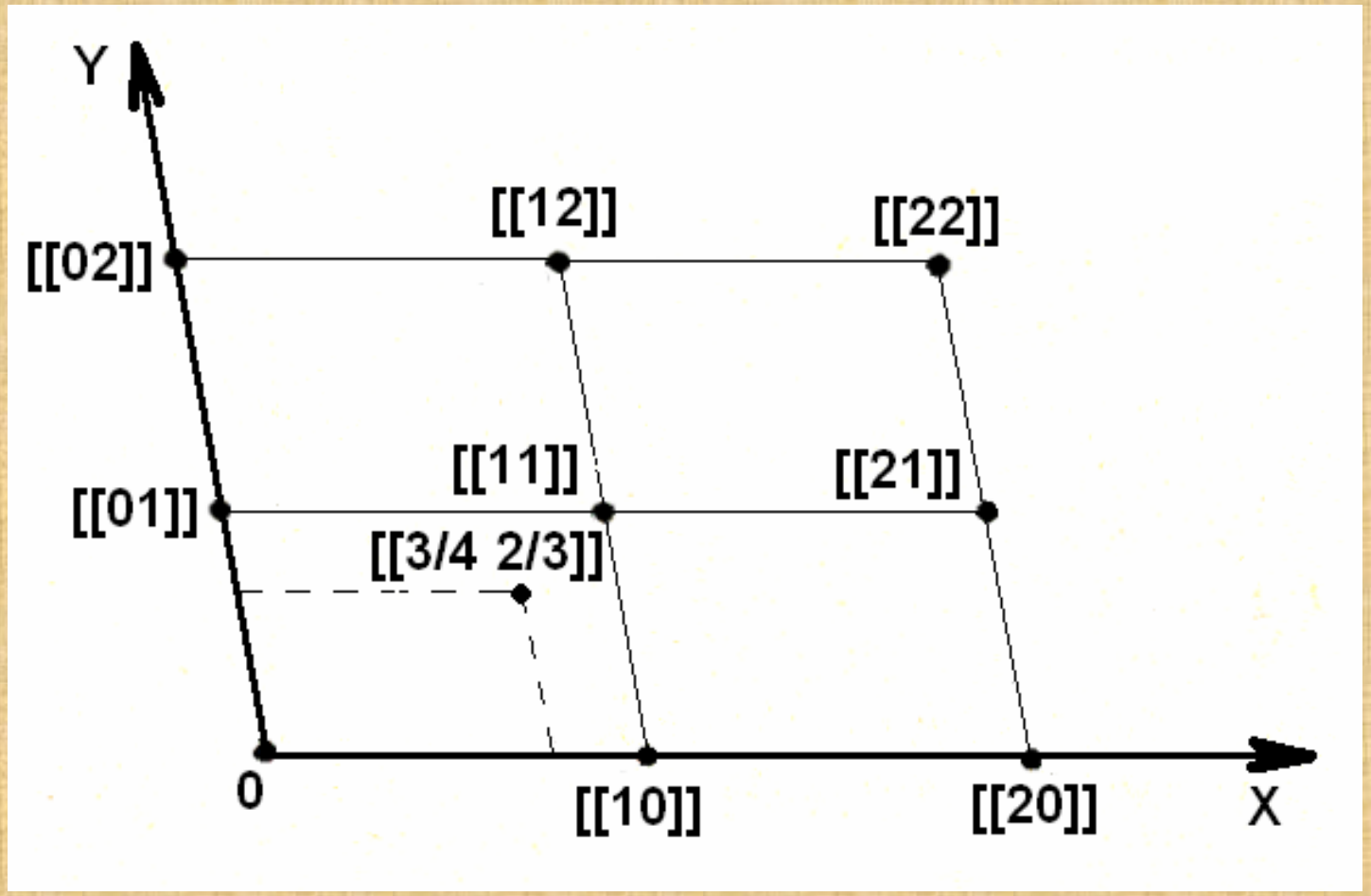
Символы узла решетки



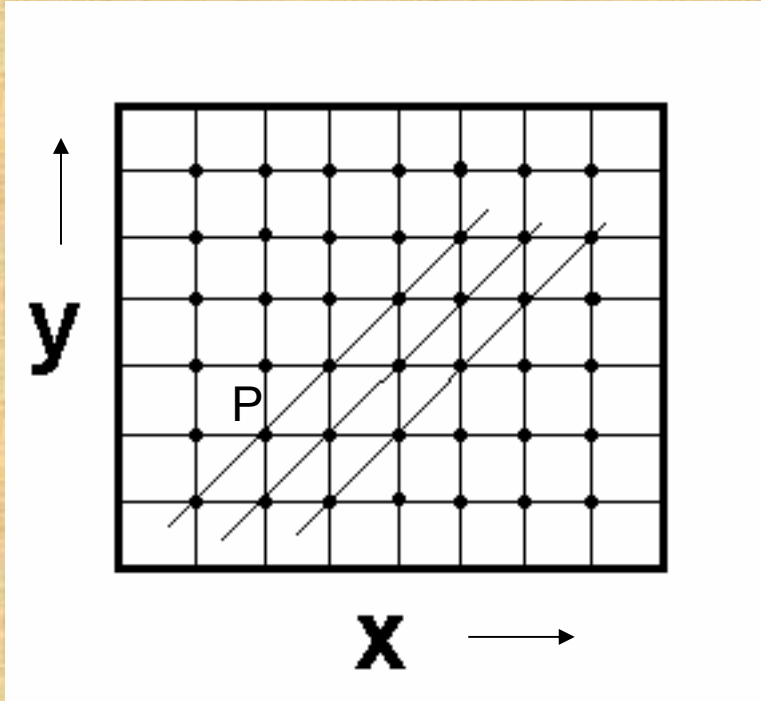
$$\mathbf{P} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$$

$$m, n, p$$

$$[[m, n, p]]$$ - Символы узла кристаллической решетки


Y
[[02]]
[[12]]
[[22]]
[[01]]
[[11]]
[[21]]
[[3/4 2/3]]
0
[[10]]
[[20]]
X

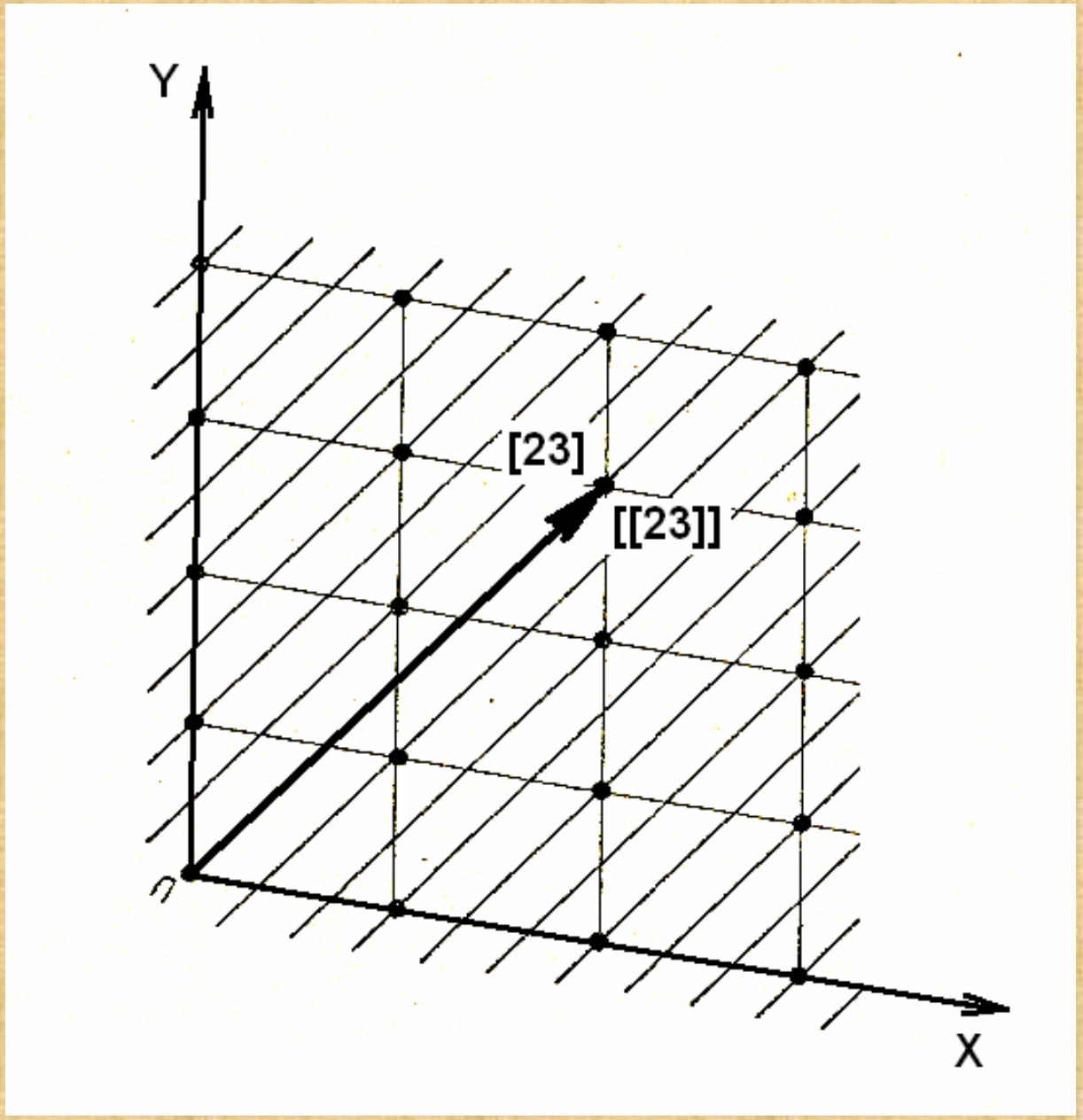
Символы узловой прямой



mnp

$m^* n^* p^*$

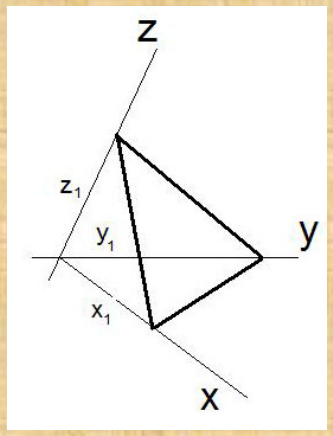
$[m^* n^* p^*]$ - **Индексы узловой прямой**


Y
[23]
[[23]]
X

Индексы Миллера

Пусть **a,b,c** - элементарные векторы прямой (атомной) решетки. Они описывают элементарную ячейку кристалла. Вектор **r=a**m+**b**n+**c**p - трансляционный вектор прямой решетки. Здесь m,n,p – целые числа. Тогда положение любого узла атомной решетки будет описывается этим вектором трансляции .

Вначале введем понятие индексов Миллера. Это общепринятые обозначения плоскости в прямой решетки. Введем в атомной решетке систему координат X,Y,Z. В зависимости от типа атомной решетки это необязательно должна быть прямоугольная решетка. Запишем уравнение любой плоскости в виде уравнения в отрезках отсекаемых этой плоскостью на осях координат x_1, y_1 z_1.



$$\frac{x}{x_1}+\frac{y}{y_1}+\frac{z}{z_1}=1$$

Это уравнение можно переписать, если записать все координаты в относительных единицах через вектора элементарной ячейки .

$$\frac{x/a}{x_1/a}+\frac{y/b}{y_1/b}+\frac{z/c}{z_1/c}=1$$

Введем такие обозначения

$$h=\frac{a}{x_1}\cdot r,\ k=\frac{b}{y_1}\cdot r,\ l=\frac{c}{z_1}\cdot r$$

Тогда уравнение плоскости можно переписать в виде, здесь *r* целое число.

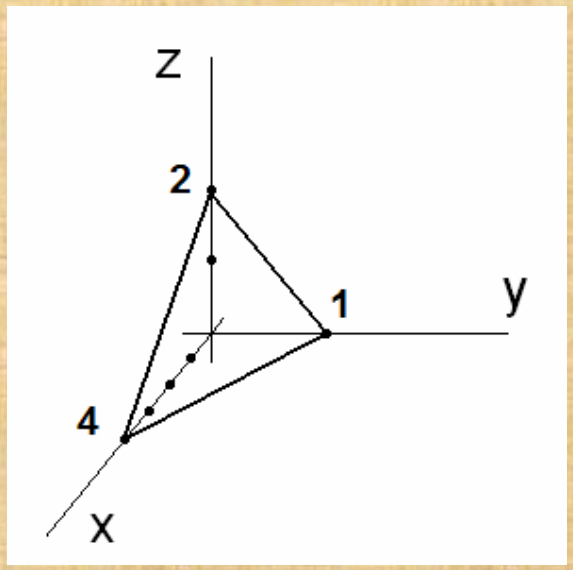
$$\frac{x}{a}\cdot h+\frac{y}{b}\cdot k+\frac{z}{c}l=r$$

заменяя абсолютные (x/a, y/b, z/c) координаты на относительные (x', y', z') получим

$$x'h+y'k+z'l=r$$

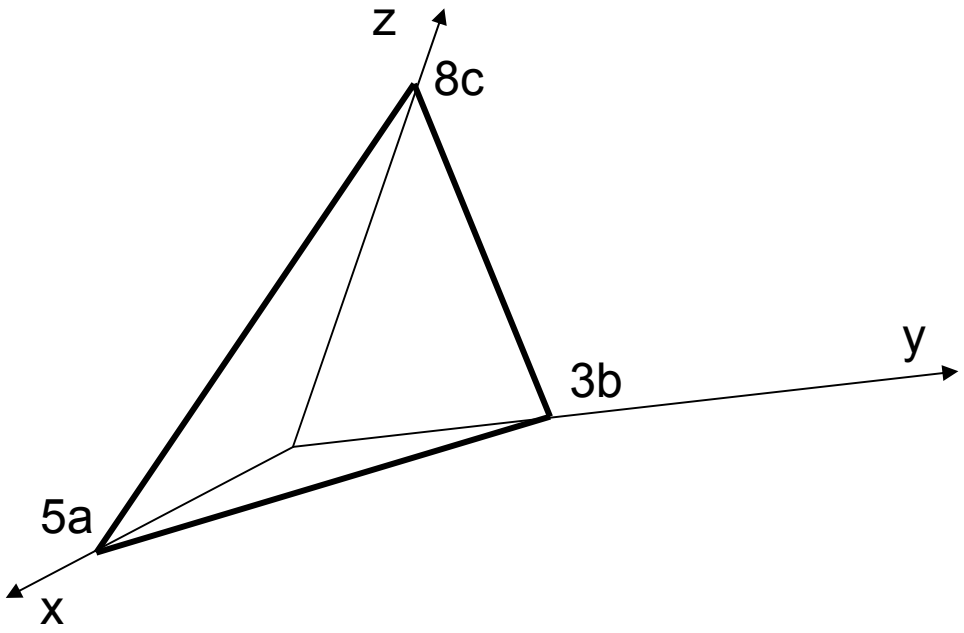
Набор индексов (h,k,l) полностью характеризует положение плоскости в пространстве системы координат XYZ. Эти индексы получили название в литературе индексов Миллера. Если *r*=0 плоскость проходит через начало координат, если *r*=1 это ближайшая к началу координат плоскость.

Пример



Рассмотрим такой пример. Пусть плоскость отсекает на осях координат отрезки [[400]], [[010]], [[020]]. Возьмем обратные величины этих отрезков – ¼, 1/1, ½ и умножим эти числе на 4, чтобы получить наименьшие целые значения (142). Это и будут индексы Миллера для этой системы плоскостей. Причем все плоскости параллельные этой плоскости и проходящие через узлы кристаллической решетки будут описываться этой тройкой индексов. Эти плоскости будут различаться только порядковым номером плоскости, который входит в уравнение плоскости в виде параметра r.

Плоскость отсекает на осях координат отрезки 5, 3, 8 соответственно в параметрах элементарной ячейки a,b,c. Определить индексы Миллера таких плоскостей.



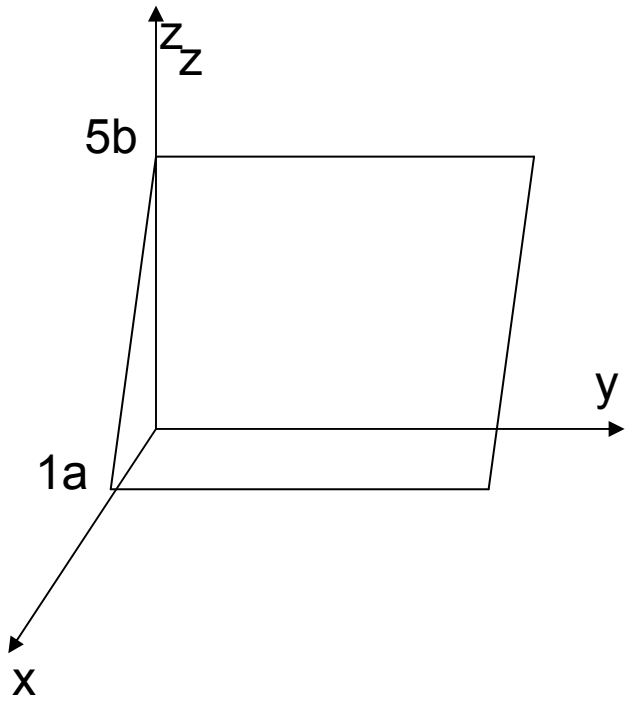
$$h = \frac{a}{5a} r$$

$$k = \frac{b}{3b} r$$

$$l = \frac{c}{8c} r$$

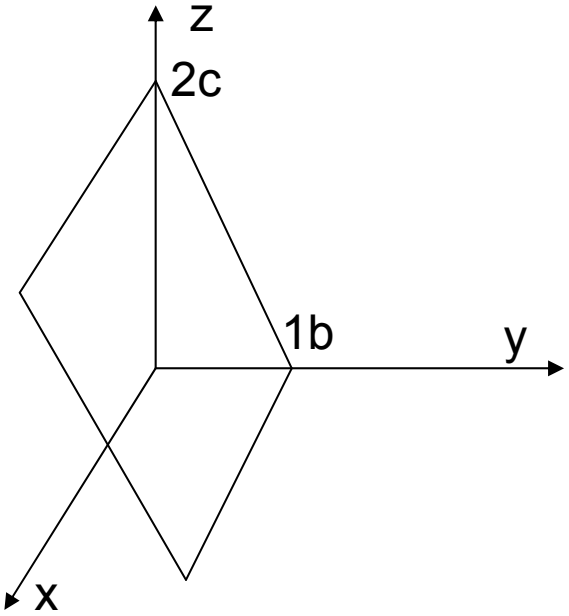
$$\frac{a}{5a}, \frac{b}{3b}, \frac{c}{8c} \rightarrow \frac{1}{5}, \frac{1}{3}, \frac{1}{8} \rightarrow (5 \times 3 \times 8) \times \frac{1}{5}, \frac{1}{3}, \frac{1}{8} \rightarrow (24 \cdot 40 \cdot 15)$$

$$h = \frac{a}{x_1} \cdot r \,,\; k = \frac{b}{y_1} \cdot r \,,\; l = \frac{c}{z_1} \cdot r$$

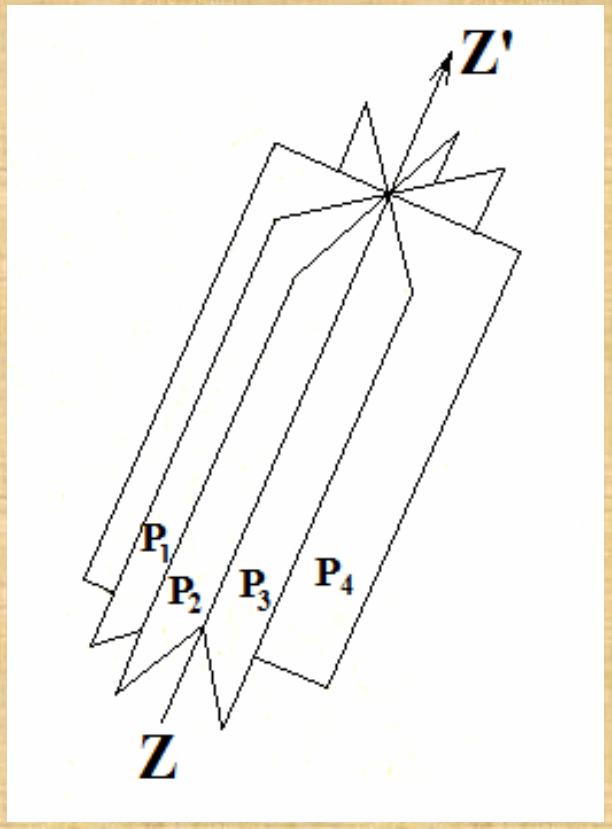


$$\frac{a}{1a},\frac{b}{\infty},\frac{c}{5c}\rightarrow(501)$$

$$(021)\rightarrow\frac{a}{\infty},\frac{b}{1b},\frac{c}{2c}$$



Кристаллографическая зона



Кристаллографической зоной или поясом, называется совокупность граней кристалла, параллельных одному направлению – оси зоны.

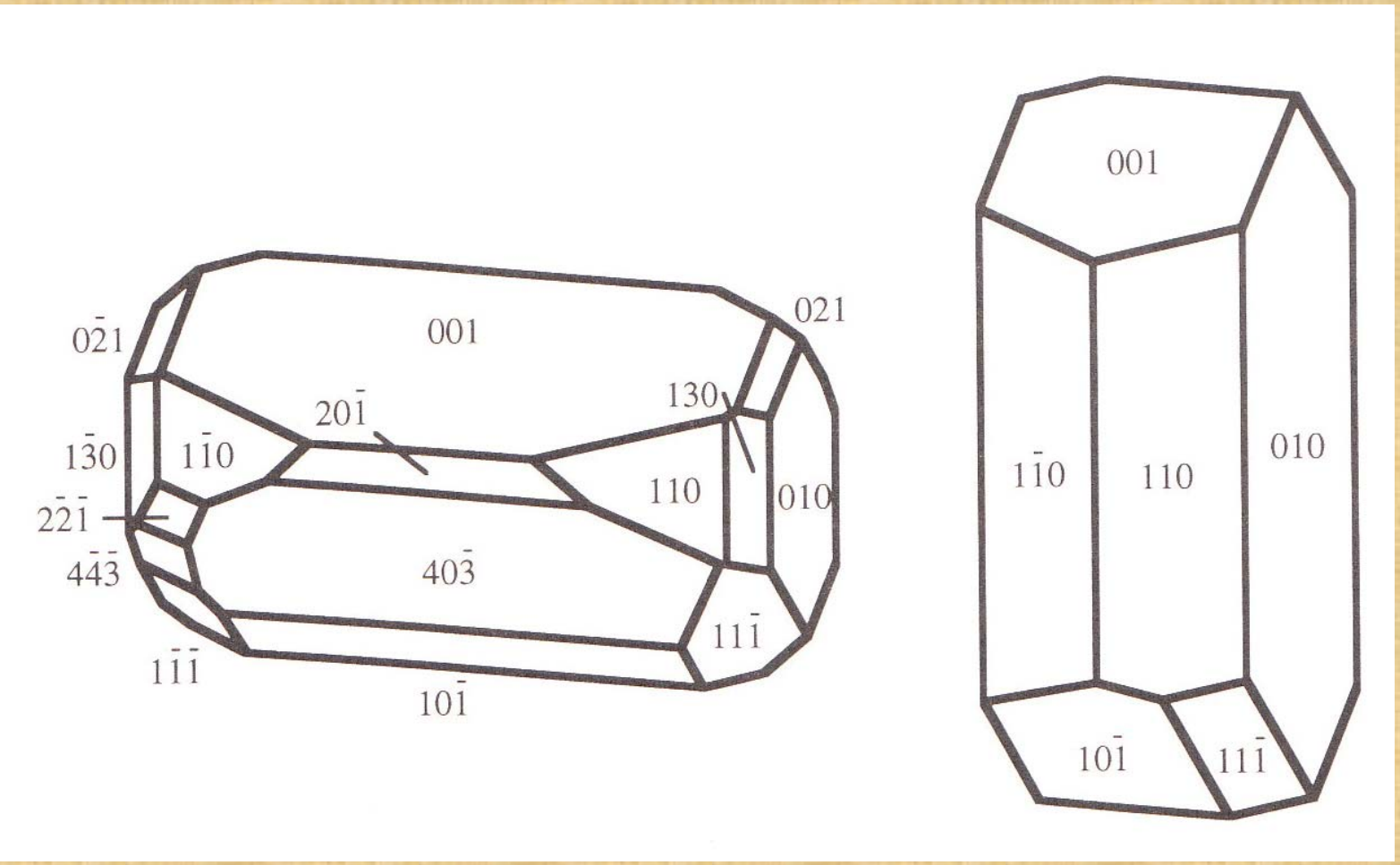
(hkl) $\quad [m^*n^*p^*]$

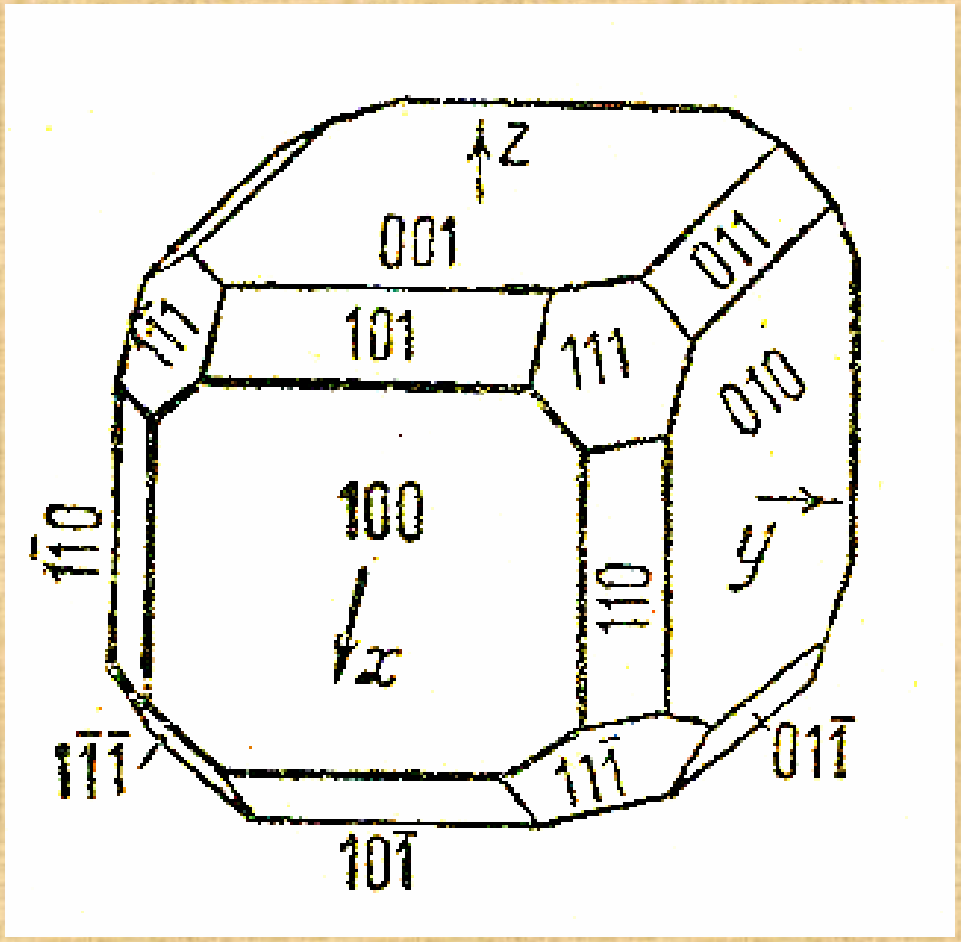
$$hm^* + kn^* + lp^* = 0$$

$$(h_1k_1l_1);(h_2k_2l_2) \Rightarrow [mnp]???$$

$$\begin{cases} h_1m + k_1n + l_1p = 0 \\ h_2m + k_2n + l_2p = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} m = k_1l_2 - l_1k_2 \\ n = l_1h_2 - h_1l_2 \\ p = h_1k_2 - k_1h_2 \end{cases} \Rightarrow \begin{Vmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{Vmatrix}$$

7. Методы изображения объектов в кристаллографии

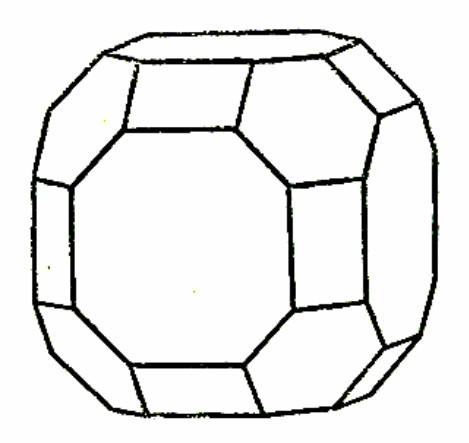

001
021
$0\bar{2}1$
$20\bar{1}$
130
$1\bar{3}0$
$1\bar{1}0$
110
010
$2\bar{2}\bar{1}$
$4\bar{4}\bar{3}$
$40\bar{3}$
$11\bar{1}$
$1\bar{1}\bar{1}$
$10\bar{1}$
001
$1\bar{1}0$
110
010
$10\bar{1}$
$11\bar{1}$

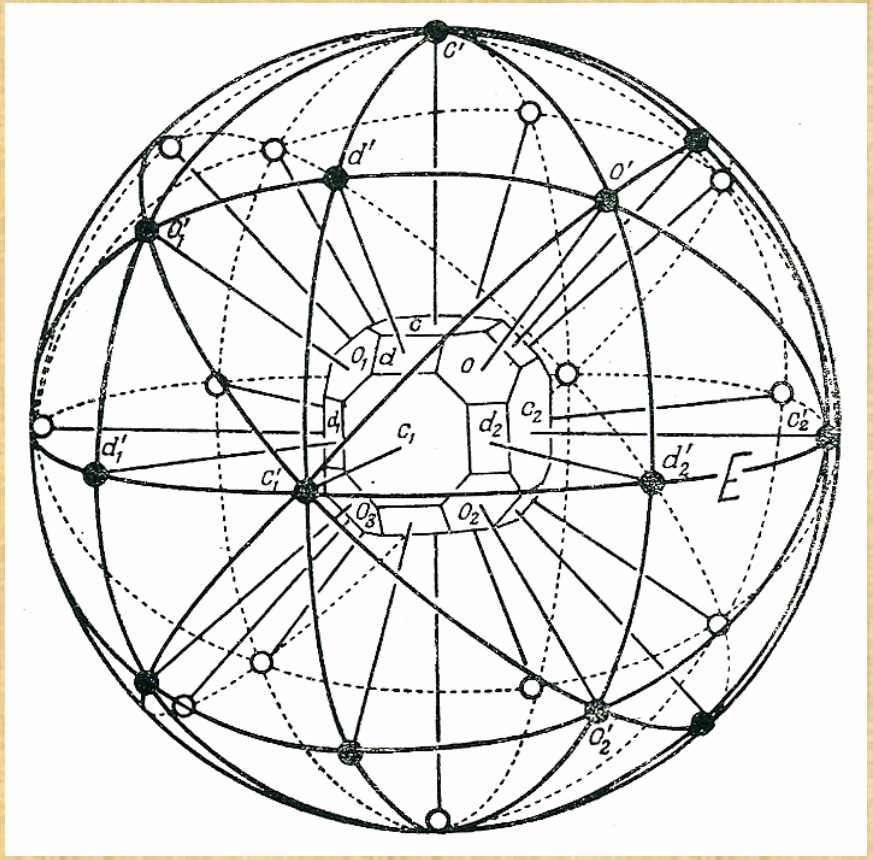


Основные кристаллографические грани кубического многогранника.

Заменим все плоскости их нормалями и затем с ведем их в одну точку. Эта совокупность нормалей называется кристаллографическим комплексом. Построим вокруг этого пучка прямых линий сферу. Тогда точки пересечения этих линий со сферой называются сферической проекцией указанных выше плоскостей.

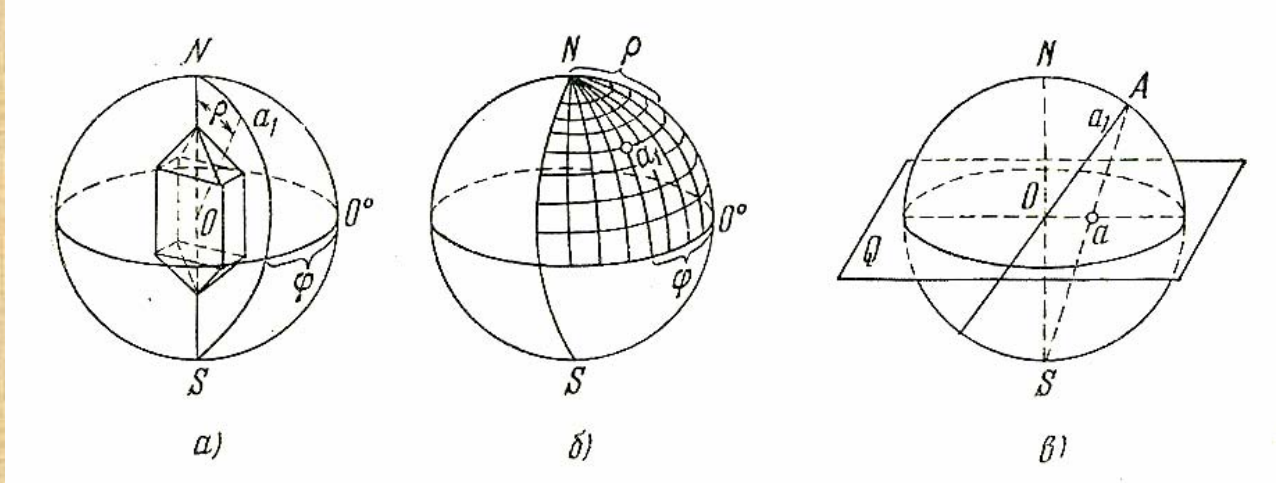
Построение кристаллографического комплекса для кубического кристалла

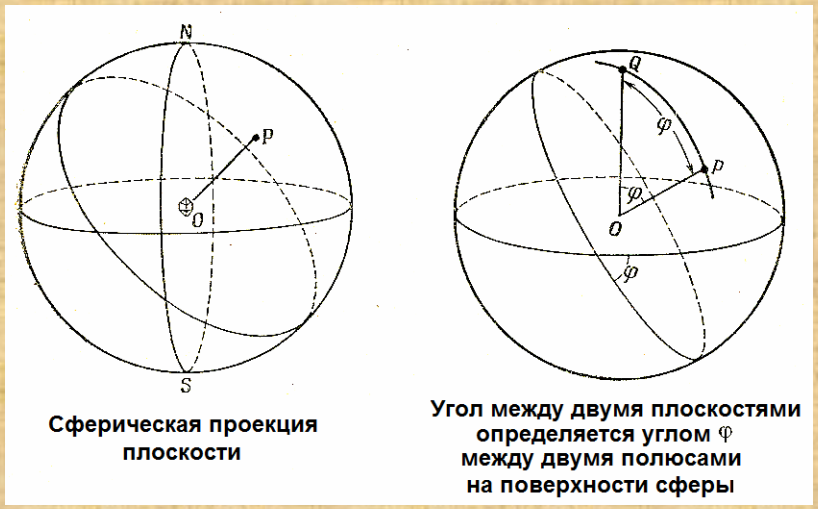


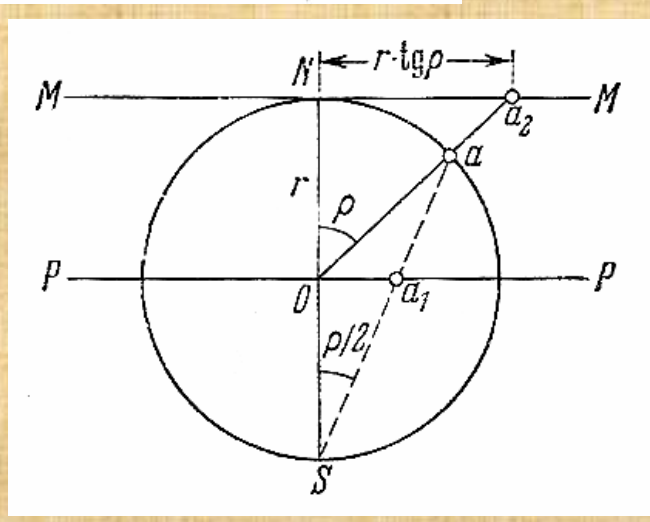


Заменим все плоскости их нормалями и затем с ведем их в одну точку. Эта совокупность нормалей называется **кристаллографическим комплексом**. Построим вокруг этого пучка прямых линий сферу. Тогда точки пересечения этих линий со сферой называются сферической проекцией указанных выше плоскостей.

Схемы построения проекций

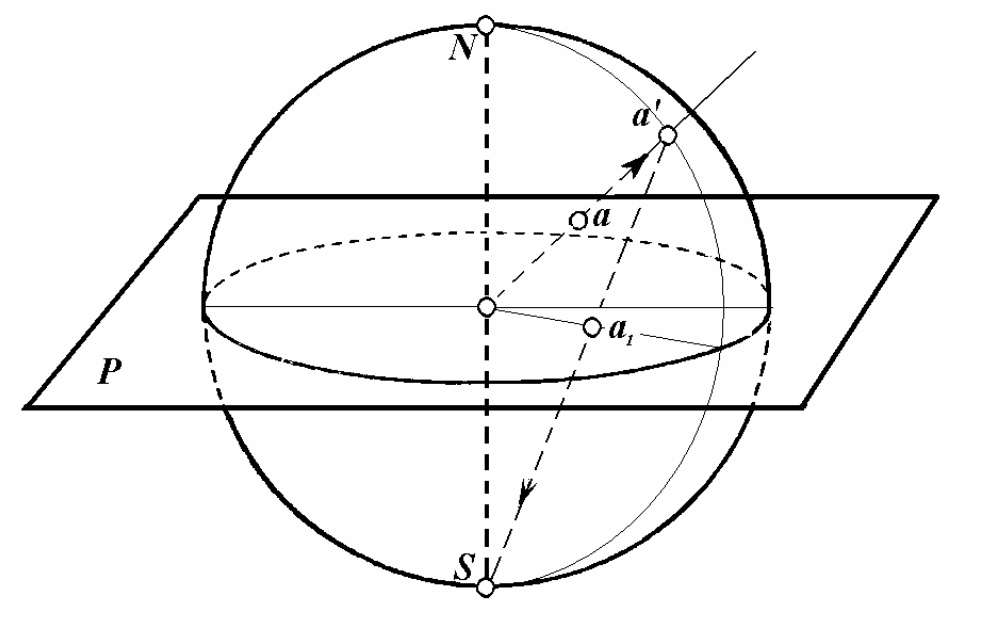






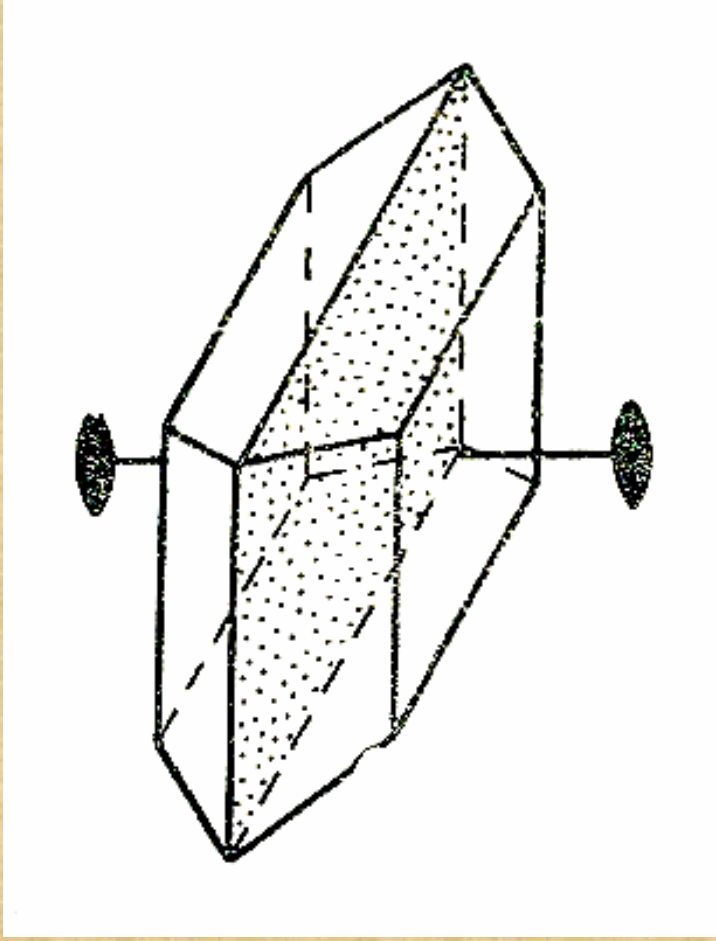
Плоскость P – плоскость стереографической (гномостериографической) проекции;
Плоскость M – плоскость гномонической проекции.

СТЕРЕОГРАФИЧЕСКАЯ ПРОЕКЦИЯ

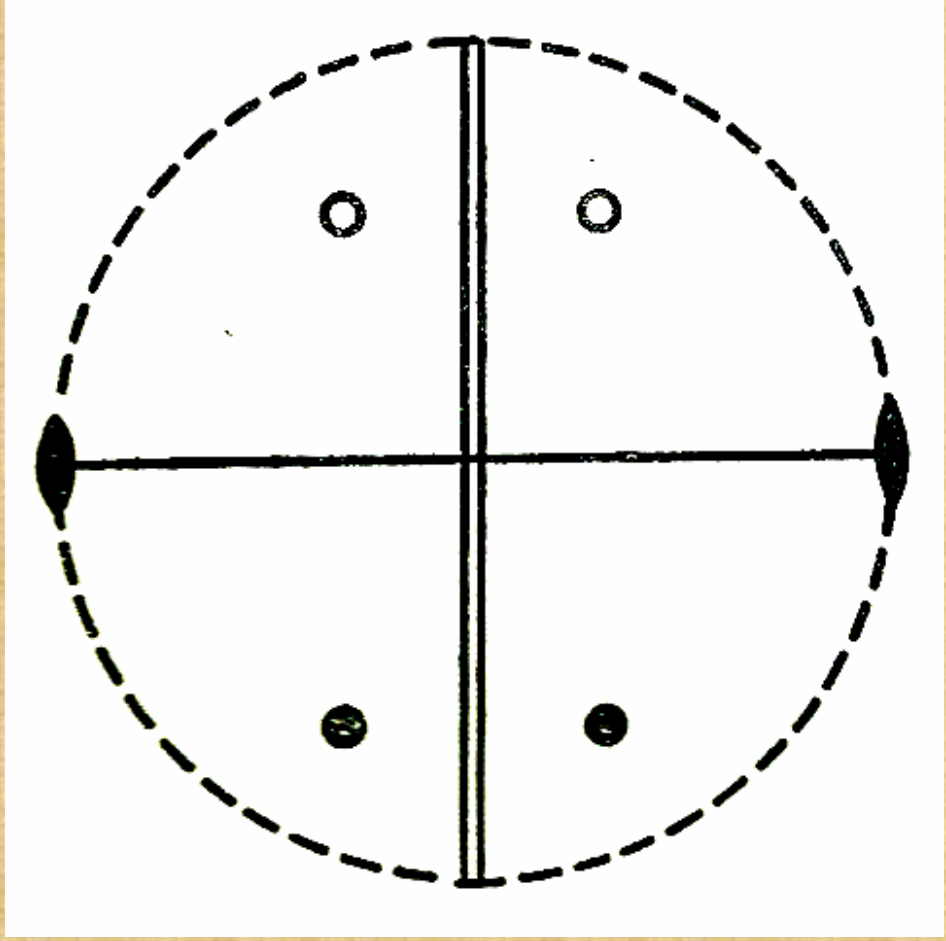


Точка «а» в пространстве V проектируется на поверхность сферы
- точка «а’» это сферическая проекция;
- проекция этой точки «а’» на плоскость Р, т.е. точка «a_1»
носит название стереографической проекции

Симметрия кристалла гипса

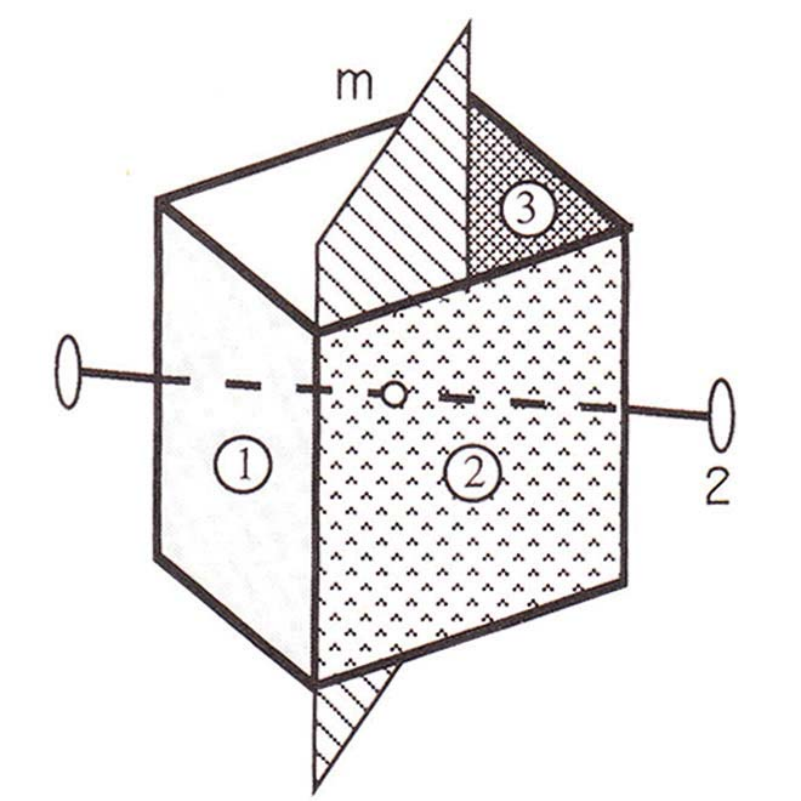


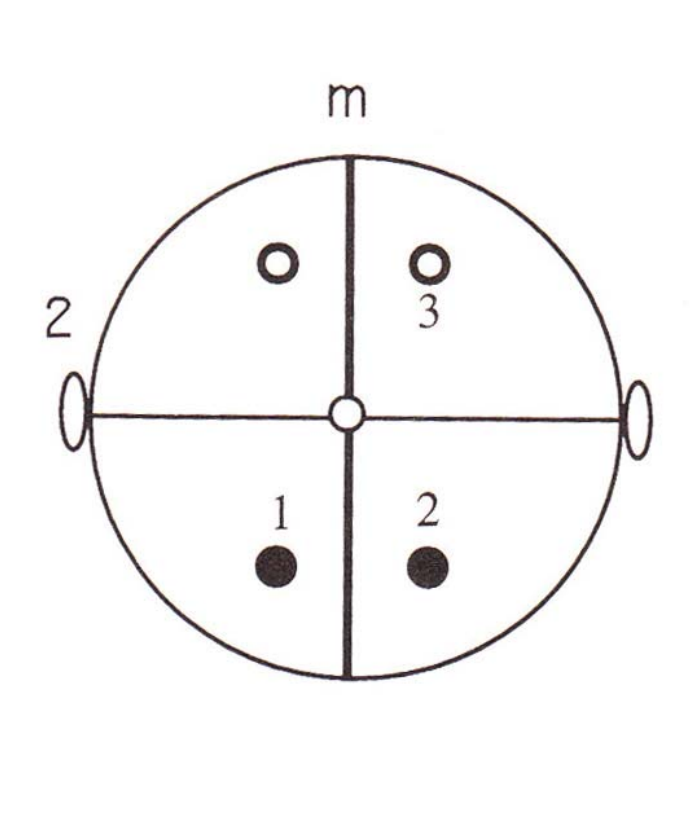
Кристалл гипса с одной осью симметрии второго порядка и одной плоскостью симметрии



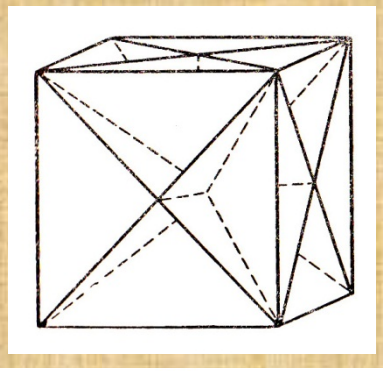
Стереографическая проекция элементов симметрии кристалла гипса

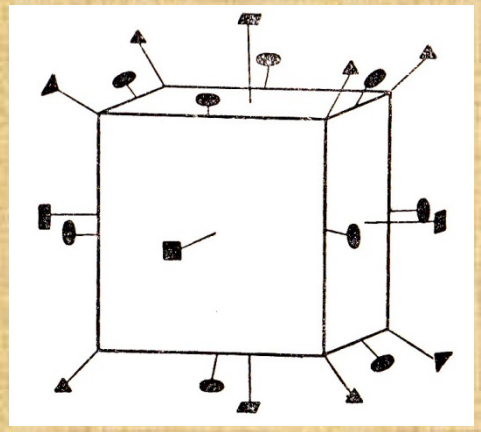
Пример изображения некоторых плоскостей и элементов симметрии в прямом пространстве и пространстве нормалей на стреографической проекции

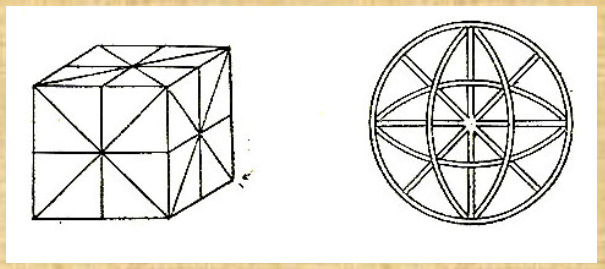


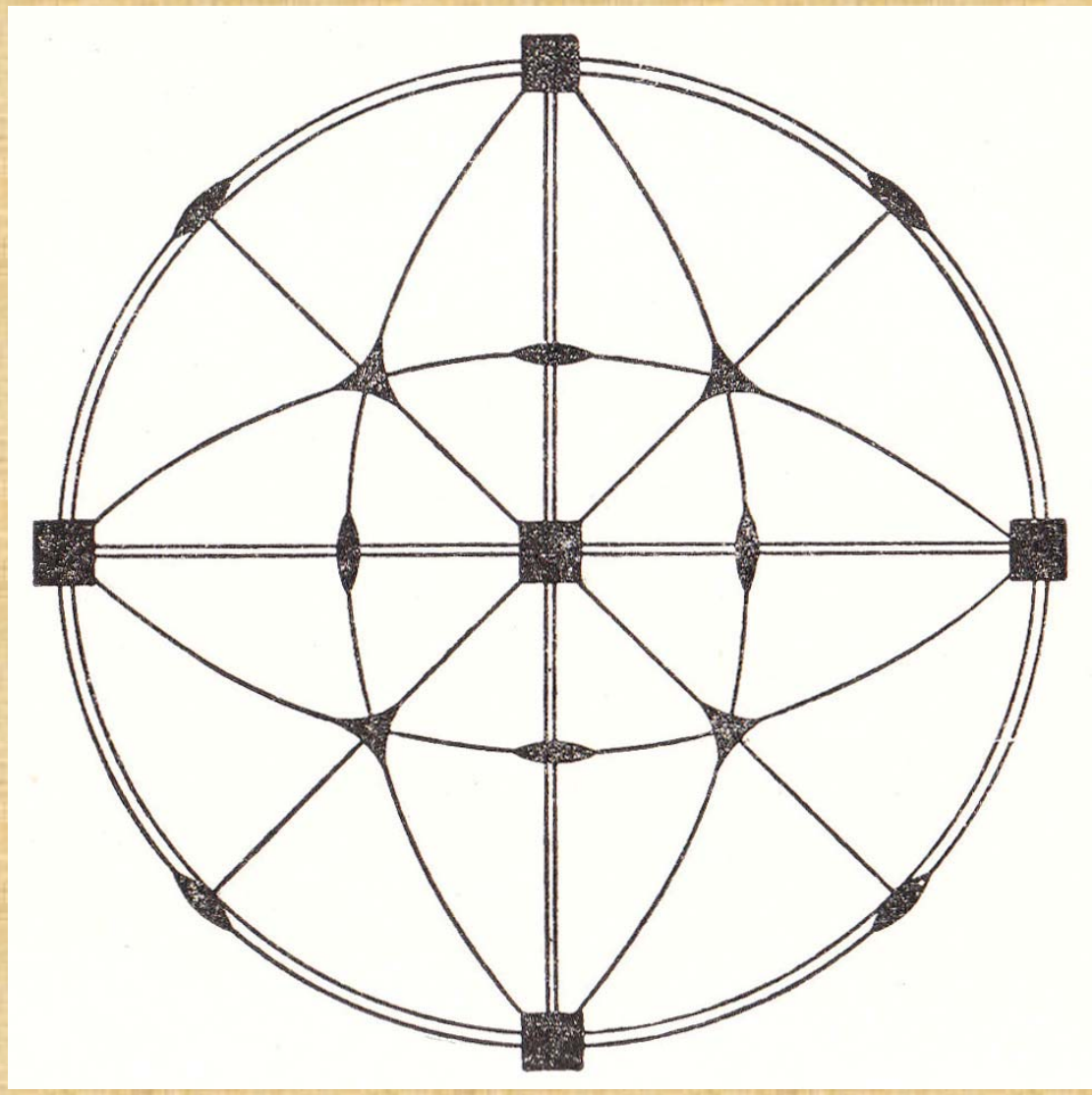


Стереографическая проекция элементов симметрии кубического кристалла



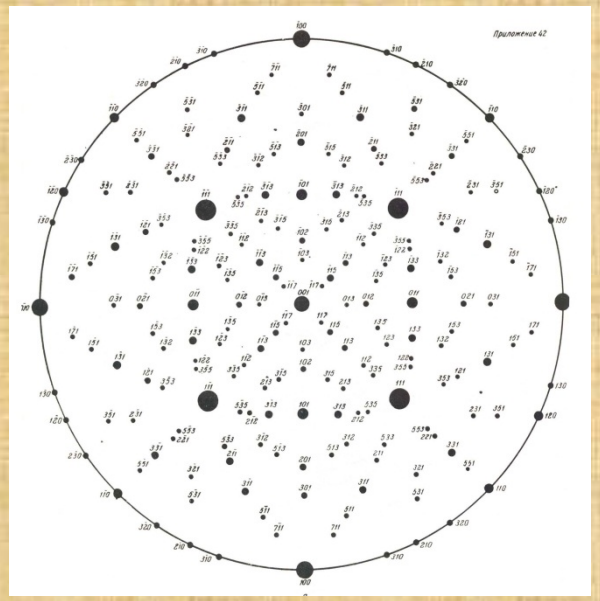




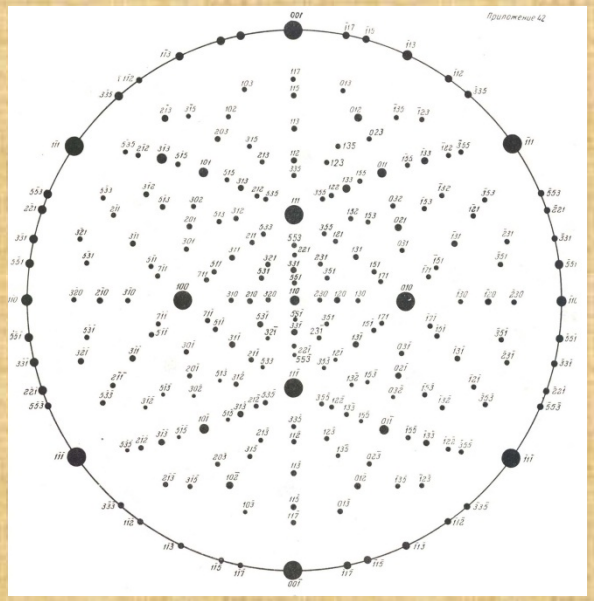


Стереографические проекции кубического кристалла

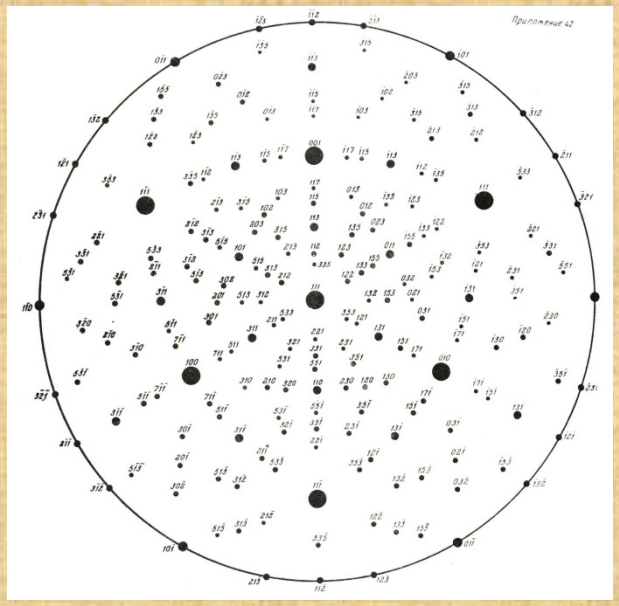
Выходы нормалей к плоскостям кристалла



(001)



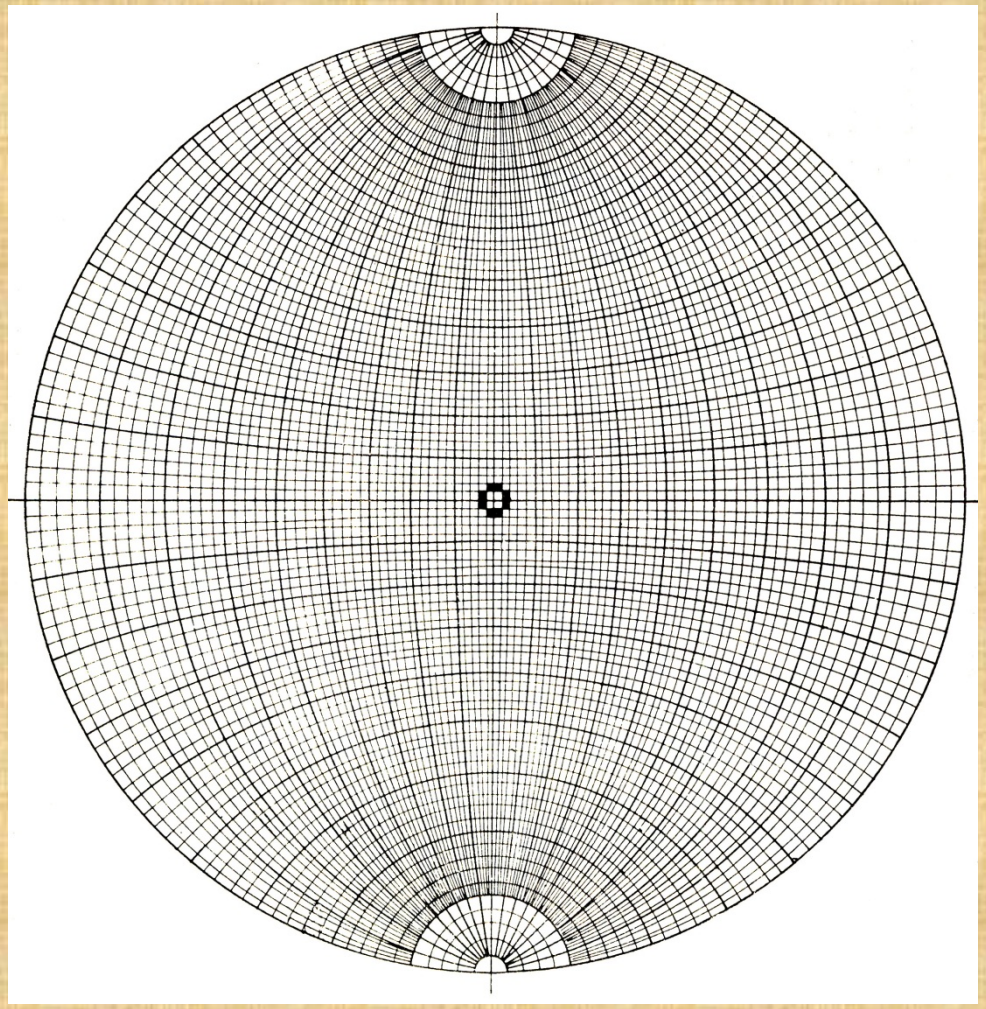
(110)



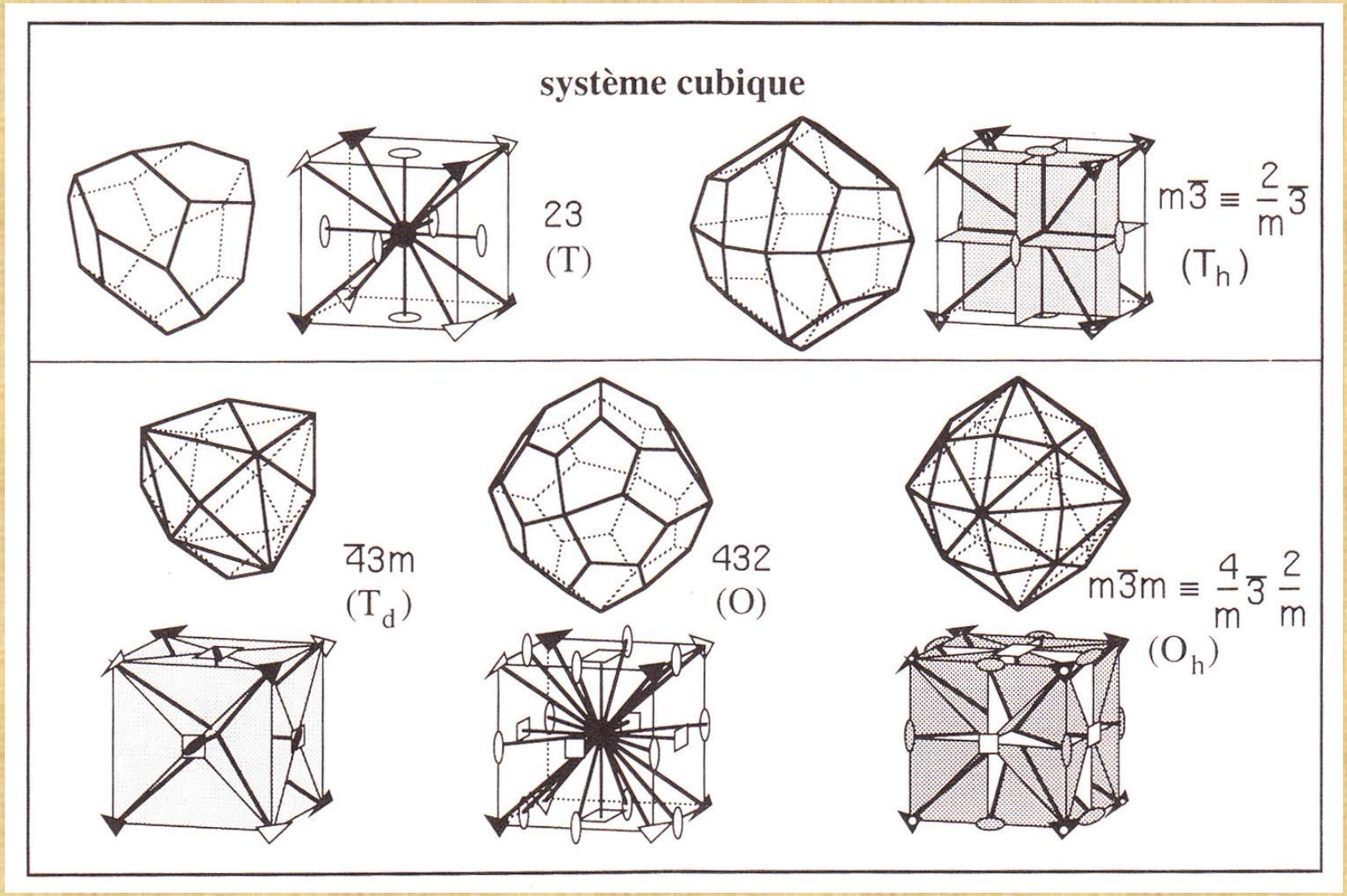
(111)

Сетка Вульфа

(стереографическая проекция параллелей и меридианов построенных с шагом 2 градуса на сфере и спроектированные на экваториальную плоскость)



Элементы симметрии кубической сингонии



ЛИТЕРАТУРА

1. Г.С.Жданов, Основы рентгеновского структурного анализа, Москва, Гостехиздат,1940
2. И.Костов, КРИСТАЛЛОГРАФИЯ, Москва, МИР, 1965
3. А.Келли, Г.Гровс, Кристаллография и дефекты в кристаллах, Москва, МИР, 1974
4. Г.С.Жданов, Физика твердого тела, Москва, МГУ, 1962
5. Ю.И.Сироткин, М.П.Шаскольская Основы кристаллографии, Москва, Наука, 1979
6. А.М.Гинье, Рентгенография кристаллов, Москва, Физматгиз, 1961
7. Г.Б.Бокий, А.И.Парай-Кошиц, Рентгеноструктурный анализ, Москва,
8. Я.С.Уманский, Рентгенография металлов, Москва, Металлургия, 1967

Введение в физику дифракции

1. Основы кинематической теории рассеяния

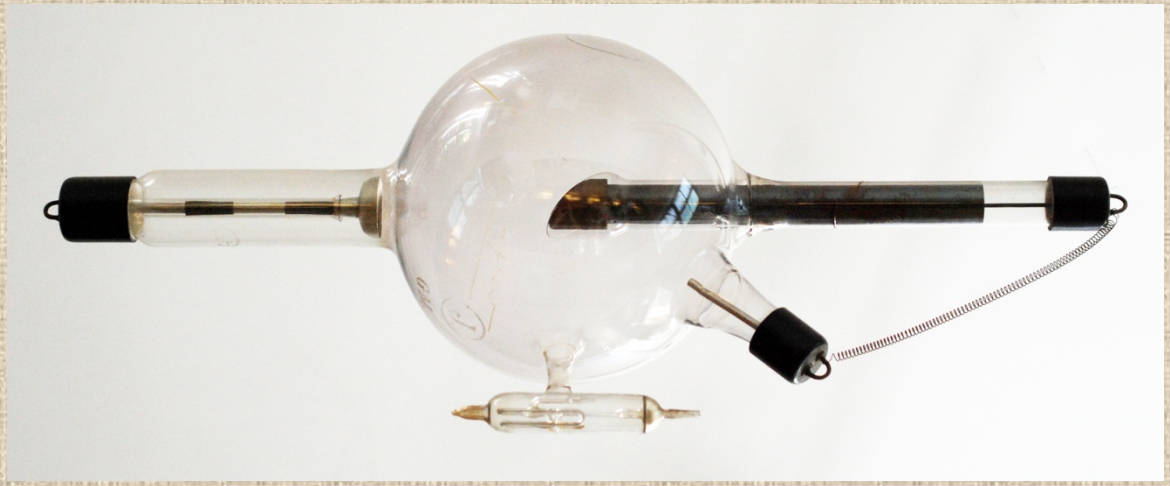
Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Открытие рентгеновских лучей (1896 г.)

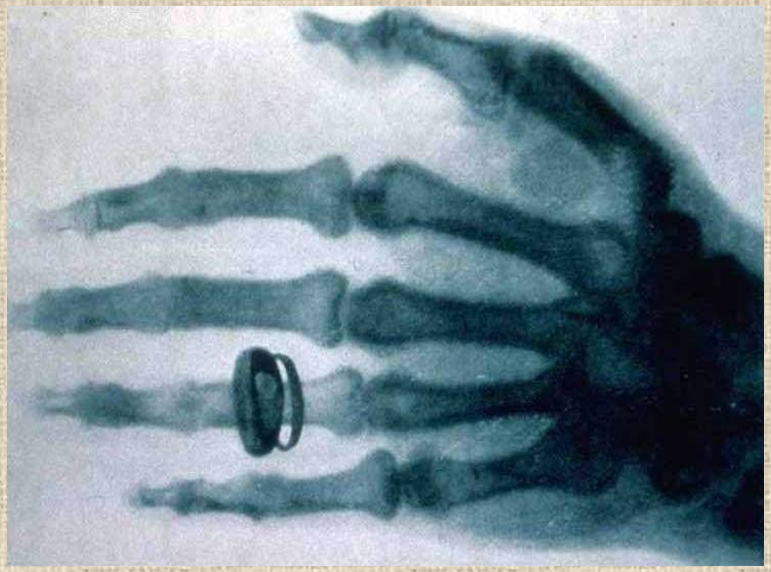
Вильгельм Конрад Рентген (Wilhelm Conrad Röntgen) 27 марта 1845 Линнепе, Германская империя, 10 февраля 1923 (77 лет) Мюнхен, Германия, Университет Мюнхена (научный руководитель Август Кундт)

Нобелевская премия (1901) по физике за открытие Х-излучения.



Эксперименты с катодными лучами и газовым разрядом 1896 год.

Трубка Крукса



Вильгельм Конрад Рентген родился в Линнепе (современное название Ремшайд) единственным ребёнком в семье. Отец был купцом и производителем одежды. Мать, Шарлотта Констанца (в девичестве Фровейн), была родом из Амстердама. Первое образование Вильгельм получает в частной школе Мартинуса фон Дорна. С 1861 он посещает Утрехтскую Техническую школу, однако в 1863 его отчисляют из-за несогласия выдать нарисовавшего карикатуру на одного из преподавателей.

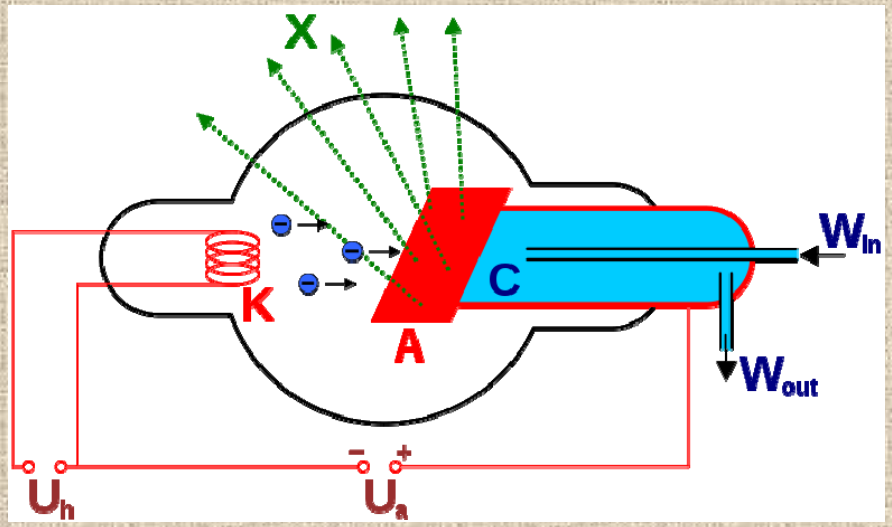
В 1865 году Рентген пытается поступить в Утрехтский университет, несмотря на то, что по правилам он не мог быть студентом этого университета. Затем он сдаёт экзамены в Федеральный политехнический институт Цюриха, и становится студентом отделения механической инженерии, после чего в 1869 году выпускается со степенью доктора философии.

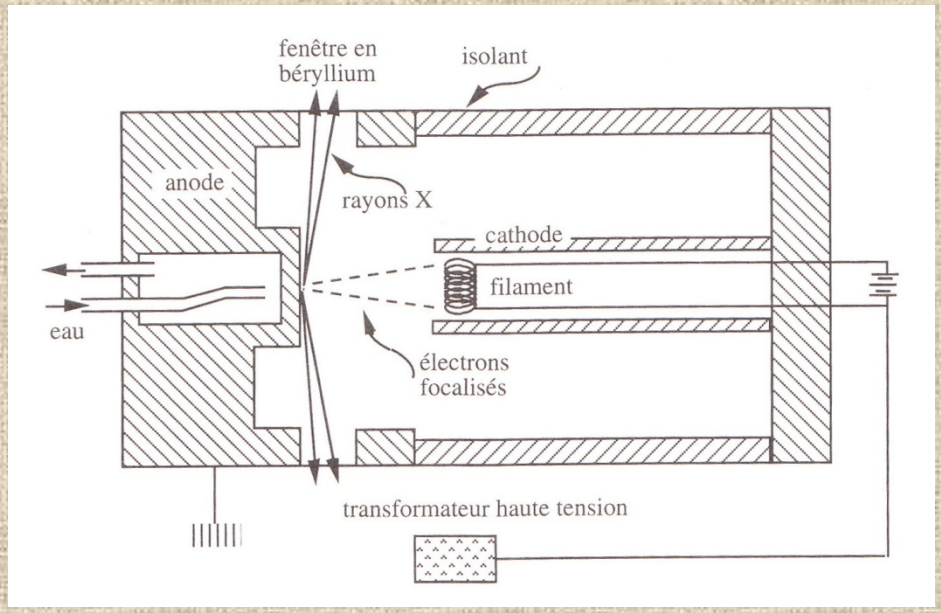
Однако, поняв, что его больше интересует физика, Рентген решил перейти учиться в университет. После успешной защиты диссертации он приступает к работе в качестве ассистента на кафедре физики в Цюрихе, а потом в Гиссене. В период с 1871 по 1873 год Вильгельм работал в Вюрцбургском университете, а затем вместе со своим профессором Августом Адольфом Кундтом перешёл в Страсбургский университет в 1874 году, в котором проработал пять лет в качестве лектора (до 1876 года), а затем в качестве профессора (с 1876 года). Также в 1875 году Вильгельм становится профессором Академии Сельского Хозяйства в Каннингеме (Виттенберг). Уже в 1879 году он был назначен на кафедру физики в университете Гиссена, которую впоследствии возглавил. С 1888 года Рентген возглавил кафедру физики в Университете Вюрцбурга, позже, в 1894 году, его избирают ректором этого университета. В 1900 году Рентген стал руководителем кафедры физики университета Мюнхена — она стала последним местом его работы. Позже, по достижении предусмотренного правилами предельного возраста, он передал кафедру Вильгельму Вину, но всё равно продолжал работать до самого конца жизни.

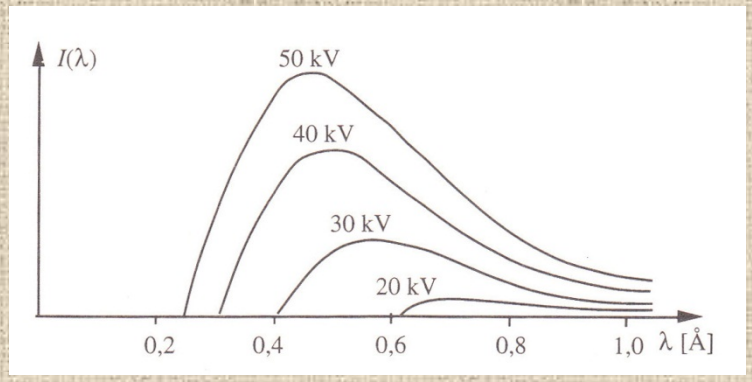
У Вильгельма Рентгена были родственники в США, и он хотел эмигрировать, но даже несмотря на то, что его приняли в Колумбийский университет в Нью-Йорке, он остался в Мюнхене, где и продолжалась его карьера.

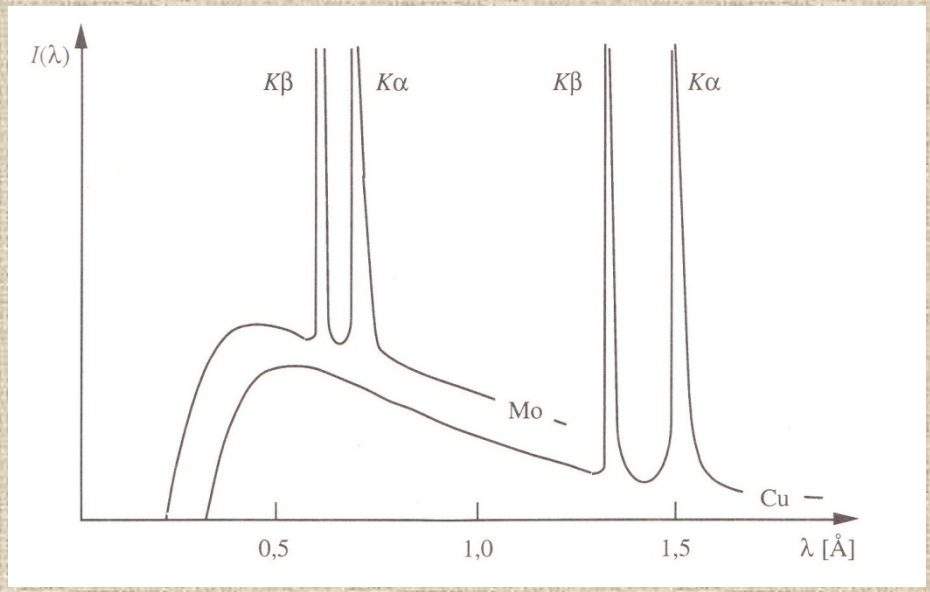
Умер 10 февраля 1923 года от рака.

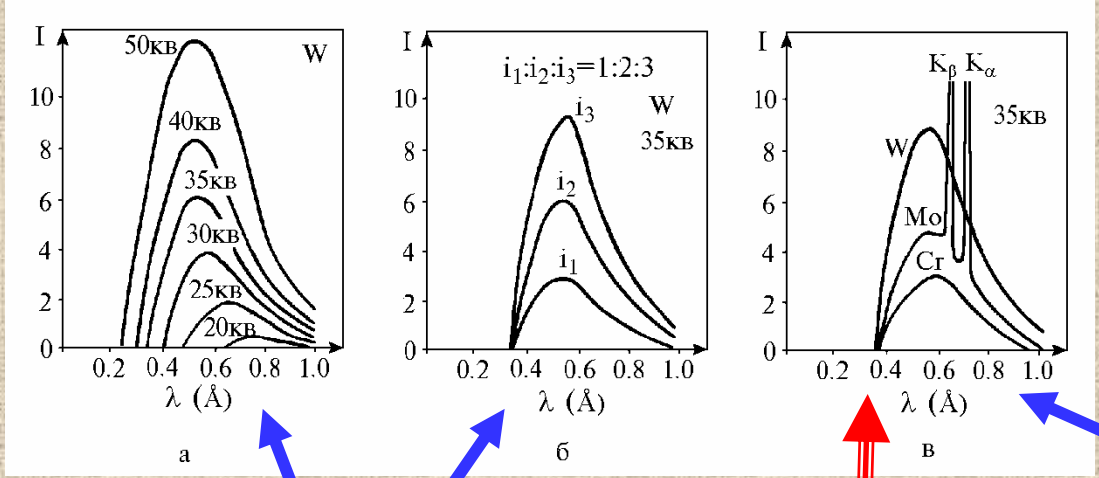
Получение рентгеновских лучей и их спектр











Общий вид рентгеновского спектра. а)-характер изменений рентгеновского спектра возбуждаемого на мишени из W с ростом ускоряющего напряжения; б)вид спектра для нескольких значений тока зонда; в)-рентгеновские спектры для трех различных материалов мишени.

$$I_{white} \approx i \cdot Z \cdot U^2$$

$$I_{ch} \approx i\left(U - U_{exit}\right)^n$$

$$n \approx 1{,}6 \div 2$$

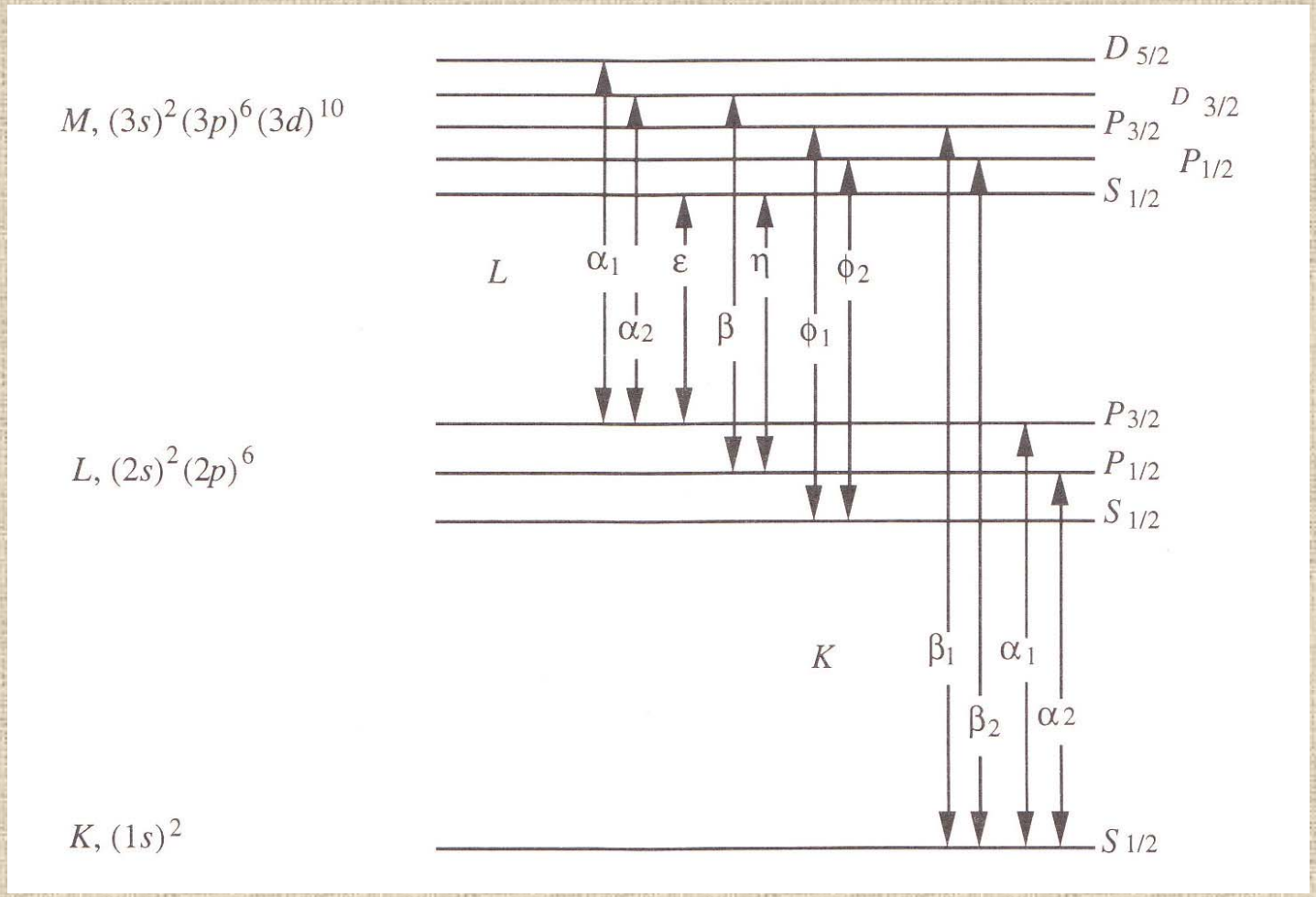
$$eV = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

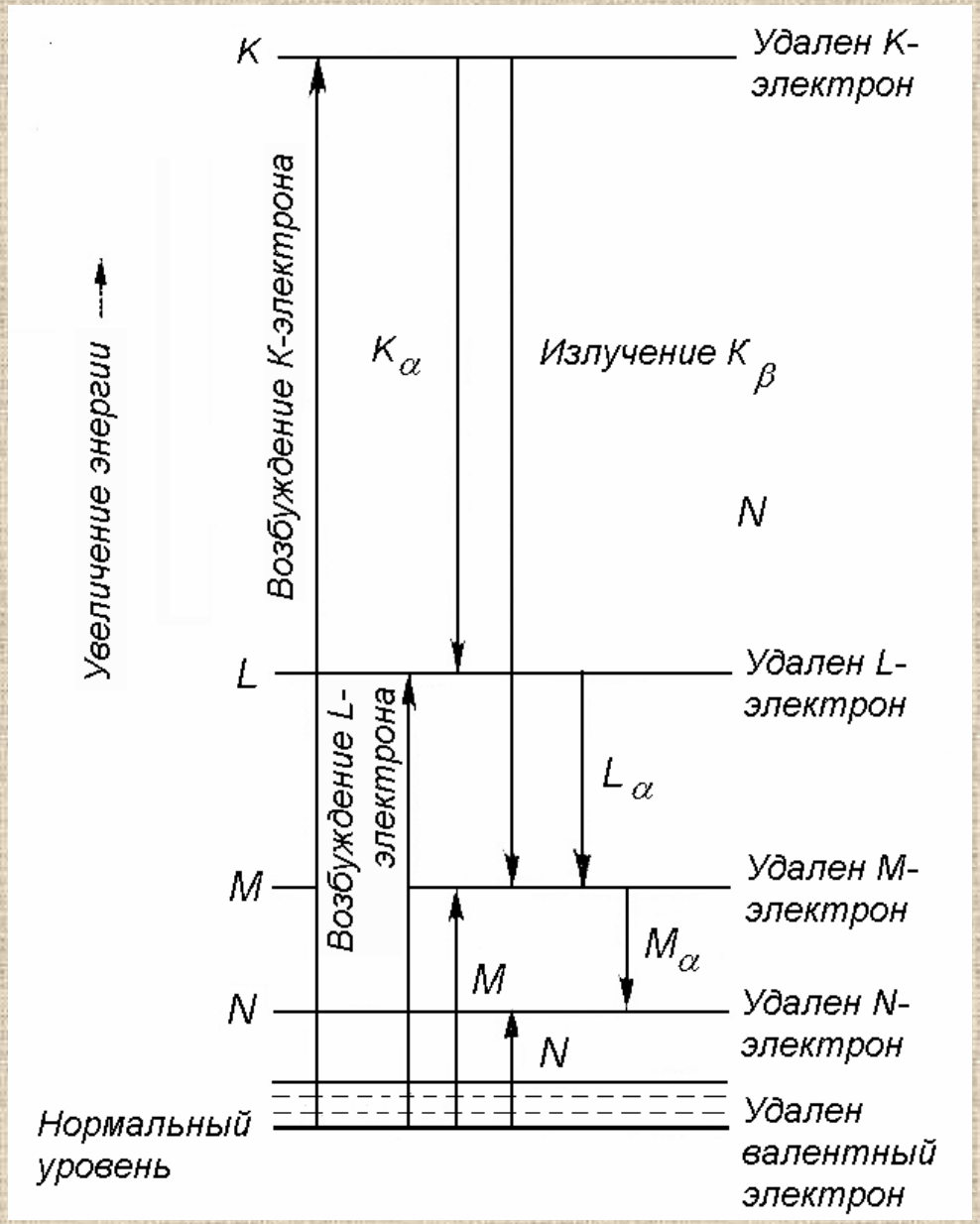
$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU} = \frac{12{,}395}{U}$$

Красная граница белого спектра или граница Дуана-Ханта

$$E_1 - E_2 = h\nu$$

Зонная структура электронных переходов и характеристические линии рентгеновского спектра





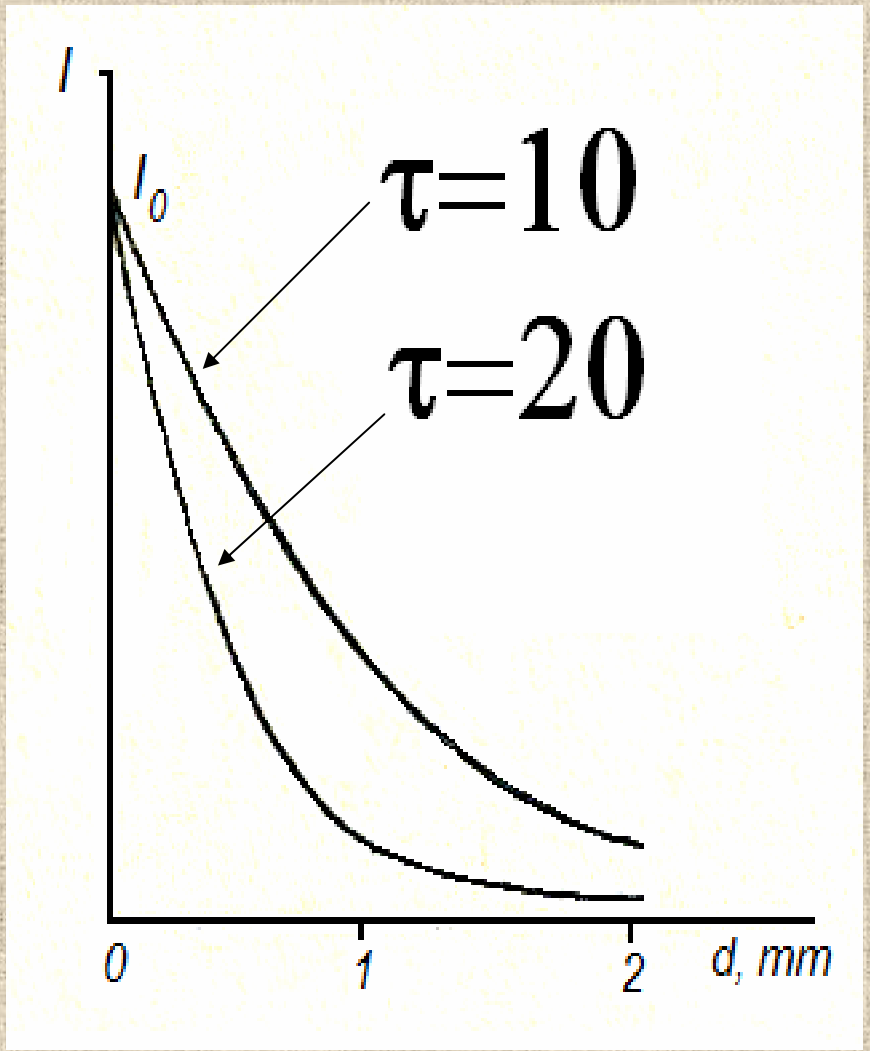
$$I_c \sim i_z \left(E_z - E_i \right)^{1.4}$$

Диаграмма энергетических уровней атома, иллюстрирующая возбуждение К; L, M- и N-оболочек и образование линий K_α, K_β ,L_α, M_α рентгеновского излучения (показано стрелками).

$$\lambda = \frac{B}{\left(Z - C \right)^2}$$

Закон Мозли

Ослабление интенсивности рентгеновского излучения при прохождении через вещество



$$dI = -\tau I dx$$

$$I = I_0 \cdot e^{-\tau x}$$

$$\tau = -\frac{dI}{dx} \Big/ I$$

Ослабление интенсивности рентгеновского излучения при прохождении через вещество

При взаимодействии с веществом амплитуда рентгеновской волны уменьшается. Это уменьшение амплитуды обусловлено с одной стороны рассеянием σ излучения, а с другой – поглощением излучения в веществе μ.

$$\tau = \sigma + \mu$$

Линейный коэффициент ослабления

$$\tau_m = \sigma_m + \mu_m$$

Массовый коэффициент ослабления

$$\tau_a = \sigma_a + \mu_a$$

Атомный коэффициент ослабления

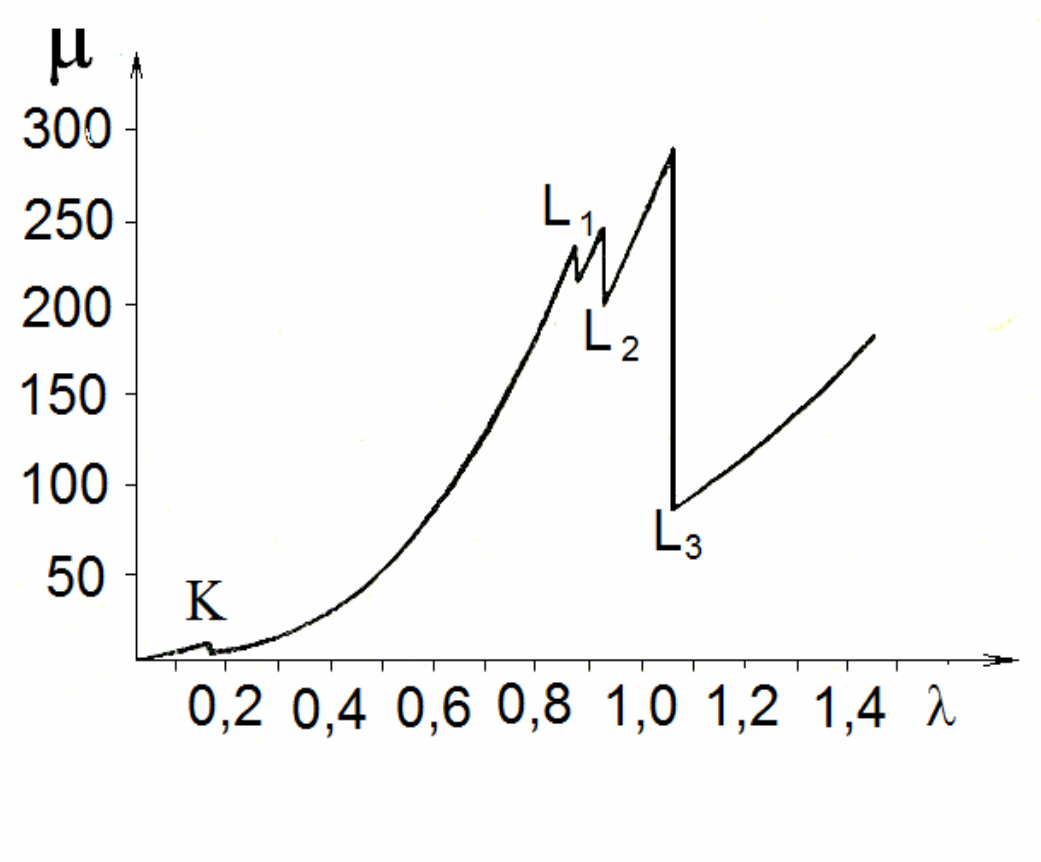
Массовые коэффициенты ослабления и массовые коэффициенты рассеяния ряда элементов

Наименование элемента	Атомный номер	$\lambda = 0{,}12$ Å		$\lambda = 0{,}71$ Å (λMo)	
		μ_m	σ_m	μ_m	σ_m
C	6	0,15	0,14	0,63	0,18
Al	13	0,18	0,14	5,35	0,20
Cu	29	0,45	0,18	52,0	0,3
Ag	47	1,53	0,35	26,8	0,5
Pb	82	5,17	0,67	140,0	0,8

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho}$$

$$\mu_a = \mu_m \cdot \frac{M}{N_A} = \mu \cdot \frac{M}{\rho N_A}$$

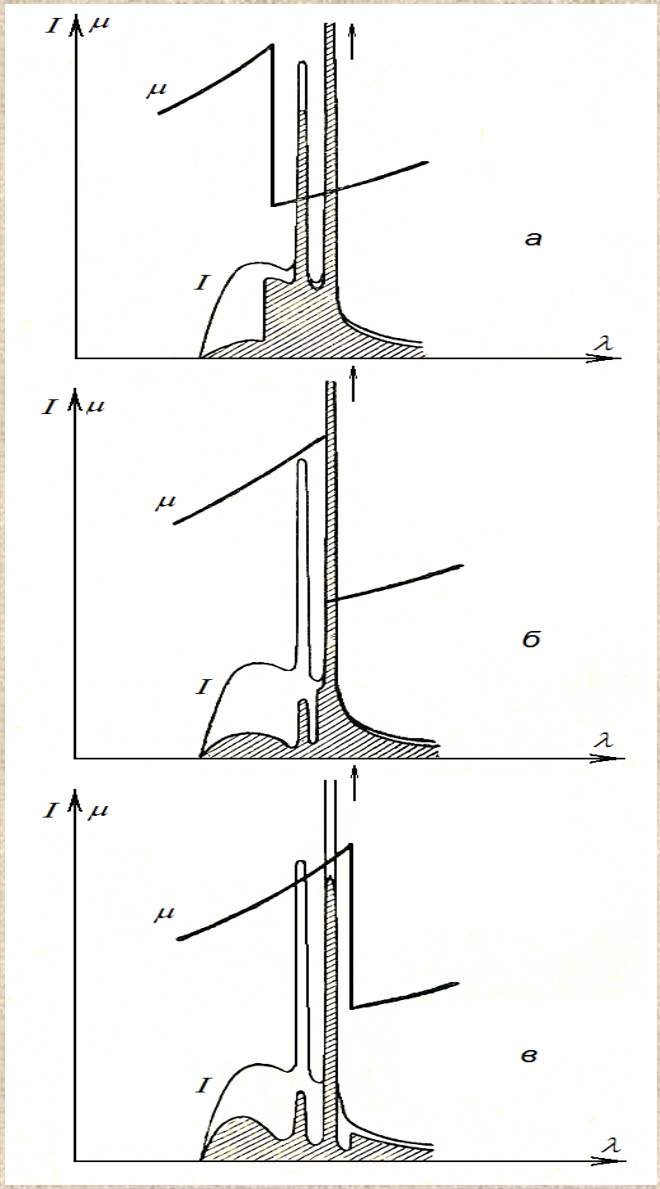
Коэффициент поглощения



$$\mu = c \cdot Z^n \cdot \lambda^3$$

Коэффициенты – c и n зависят от длины волны l. Например для K-полосы n=4,0; для L-полос n=4,3

Рентгеновские фильтры



Использование краев поглощения для рентгеновских фильтров

Спектр электромагнитных колебаний

γ-лучи 10^{-11} – 10^{-9} см
X-ray 10^{-10} – 10^{-9} см
УФ 10^{-7} – 0.4 10^{-4} см
Видимый свет 0.4 10^{-4} – 0.7 10^{-4} см
ИК 0.7 10^{-4} – 0.01 см
Радио волны 0.01 см – 3-4 км

1Å=10^{-10} m=10^{-8} cm=10^{-7}mm=10^{-4}мкм
1м=10^{2}cm=10^{3}mm=10^{6} μ =10^{9}nm=10^{10}Å
1cm=10mm=10^{4}мкm=10^{7}nm=10^{8}Å
1μ=10^{-6} m
1nm=10^{-9} m

Шкала электромагнитных волн.

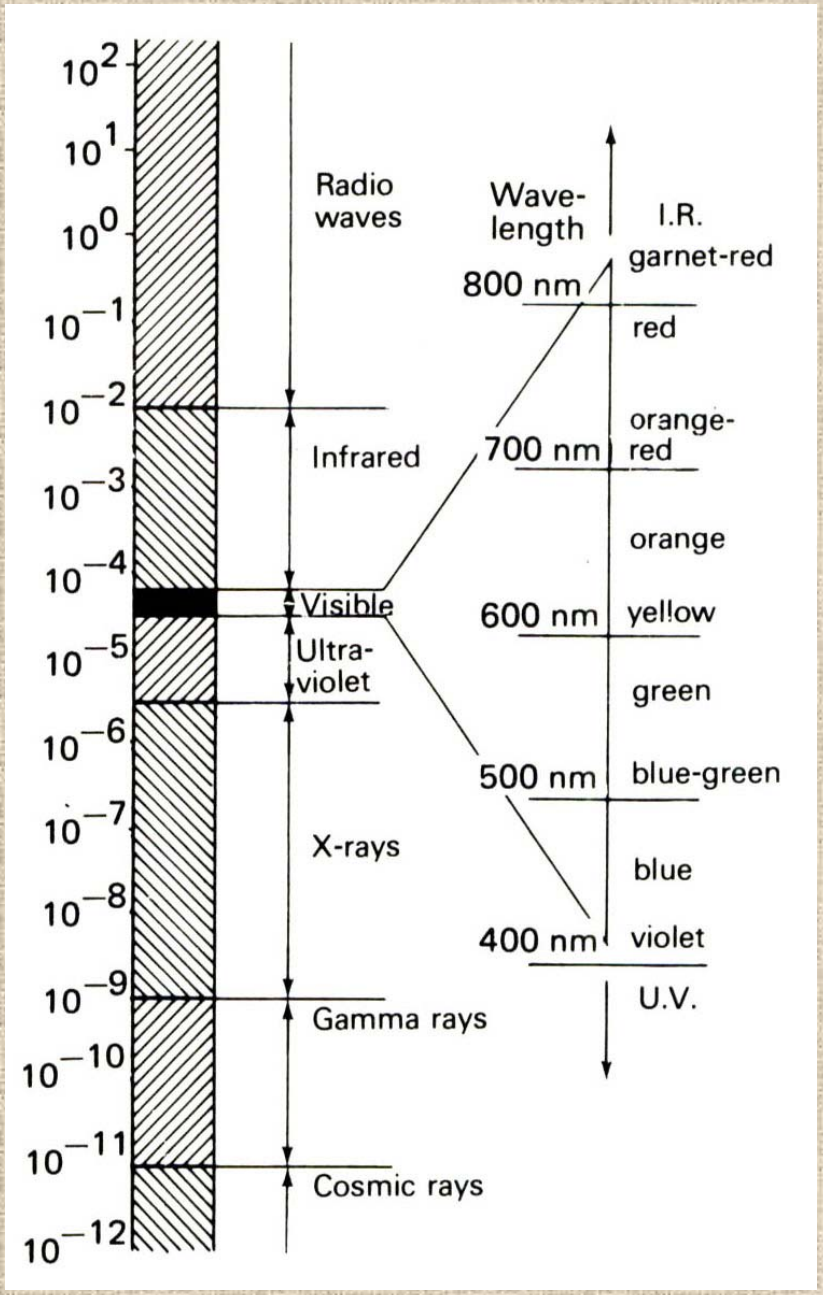


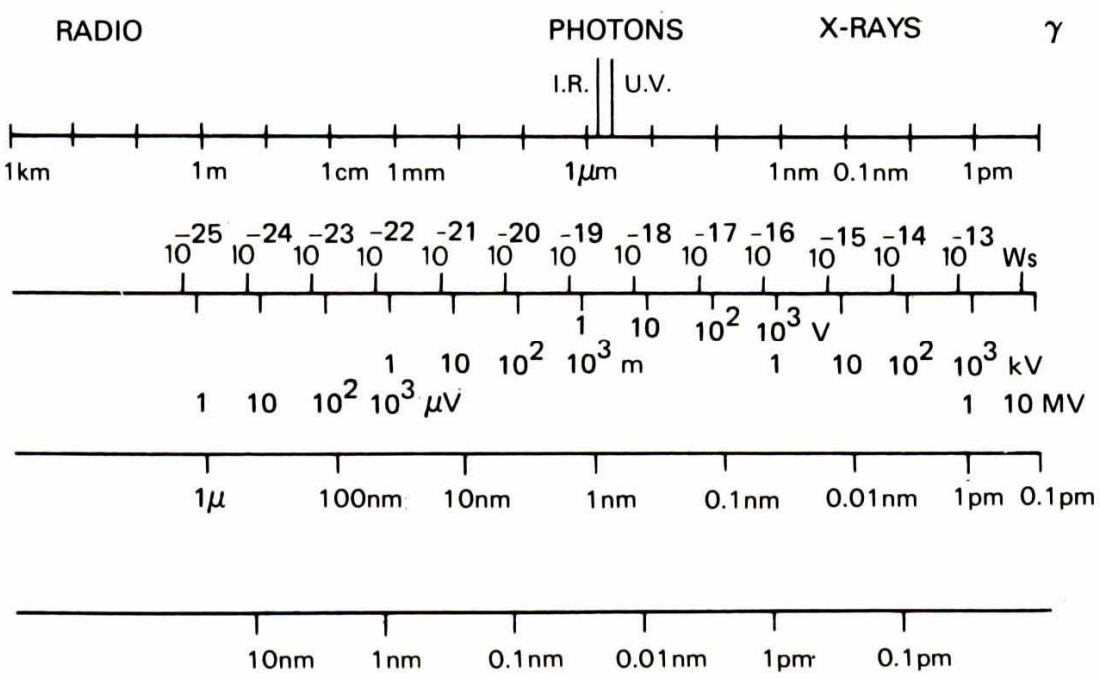
Диаграмма спектра электромагнитных волн.

a) Левая колонка цифр – длина волны в метрах;

b) средняя колонка – общепринятые обозначения диапазона; увеличенная

c) диаграмма видимой области спектра и соответствующая область цветовой чувствительности.

Сравнительные характеристики длин волн электромагитного излучения, электронов и протонов



Длины электромагнитных волн

Энергия квантов

Энергия ускоренных электронов

Дебройлевская длина волны электронов

Соответствующая длина волны протонов

$1\mu m=10^{-6}m$,
$1pm=10^{-12}m$

Длины волн K-серий элементов, употребляемых в качестве анодов в рентгеноструктурном анализе

Антикатоды		Длина волны, Å			Порог возбуждения Vk, в
Элементы	Атомный номер, символ	$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	$K_{\beta 1}$	
Хром	24 Cr	2,290	2,085	2,085	5950
Железо	26 Fe	1,936	1,757	1,757	7100
Кобальт	27 Co	1,789	1,621	1,621	7700
Никель	28 Ni	1,658	1,500	1,500	8300
Медь	29 Cu	1,540	1,392	1,392	9000
Молибден	42 Mo	0,7093	0,6323	0,6323	20000
Родий	45 Rh	0,6132	0,5456	0,5456	23400
Палладий	46 Pd	0,5854	0,5205	0,5205	24500
Серебро	47 Ag	0,5594	0,4970	0,4970	25600
Вольфрам	74 W	0,2090	0,1844	0,1844	69500

Линии K-серии W (вольфрама) никогда не используются в качестве монохроматического излучения

Открытие дифракции рентгеновских лучей (1912 г.)

Лауэ Макс Теодор Феликс фон (*Max von Laue*; 9 октября 1879, Кобленц, Германская империя — 24 апреля 1960, Западный Берлин) — немецкий физик, **лауреат Нобелевской премии по физике в 1914 г. «за открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах».**

После окончания школы в 1898 году, фон Лауэ служил один год в армии по призыву. Затем он поступил в Страсбургский университет, где приступил к изучению математики, физики и химии. Вскоре он перешёл в Гёттингенский университет. После этого он провёл один семестр в Мюнхенском университете и затем перешёл учится в Берлин, под руководством Макса Планка. В 1903 году он защитил диссертацию по теории интерференции на параллельных пластинках и стал в 1905 г. ассистентом у Макса Планка. После защиты второй диссертации в 1906 г. он занялся теорией относительности и при помощи оптических опытов получил в 1907 г. важные экспериментальные подтверждения релятивистского правила сложения скоростей. В 1909 г. он получает в Мюнхенском университете место приватдоцента теоретической физики.

В 1912 г. фон Лауэ переходит в Цюрих. Там он предсказал дифракцию рентгеновских лучей на кристаллах, что было экспериментально подтверждено двумя его студентами — Фридрихом и Книпингом. Таким образом был подтверждён волновой характер рентгеновского излучения. Кроме того при помощи этого метода удалось выяснить структуру многих кристаллов. За эти достижения фон Лауэ получил в 1914 г. Нобелевскую премию по физике.

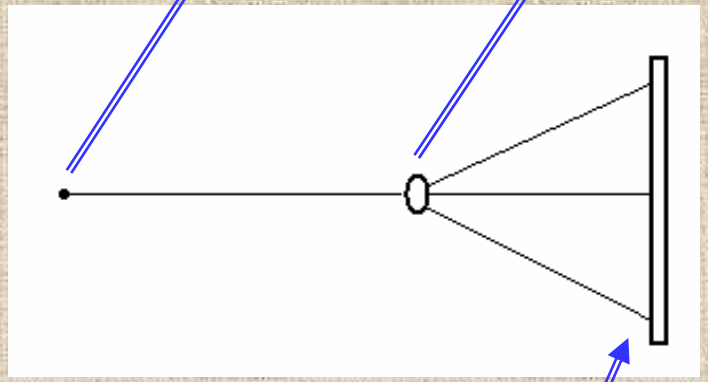
В 1919 г. фон Лауэ возвращается в Берлин, где дорабатывает свою первоначальную «геометрическую теорию» интерференции рентгеновских лучей до так называемой «динамической теории». В 1921 г. он получает памятную медаль Адольфа фон Байера и в 1932 г. медаль имени Макса Планка. Во время нацизма он выступает в защиту Эйнштейна и т. н. «еврейской физики», за что его досрочно отправляют в 1943 г. на пенсию. После войны он подвергается интернированию в Англии и пишет в это время «Историю Физики».

После окончания войны он активно участвует в восстановлении немецкой научной отрасли. Он основывает «Немецкое физическое общество в британской оккупационной зоне» и участвует в восстановлении «Сообщества немецких физических обществ», в основании «Федеративного физико-технического учреждения» в городе Брауншвейг, а также «Немецкого исследовательского сообщества» (главного распределителя исследовательских грантов ФРГ). В 1951 г. фон Лауэ становится директором института Фрица Габера общества Макса Планка в Западном Берлине (район Далем). Кроме того он был почётным членом свободного университета Берлина, от которого он получил звание почётного доктора в 1958 г. Институт имени Лауэ — Лонжевена в Гренобле носит его имя. Незадолго до смерти в автоаварии его именем была названа гимназия в городе Кобленц.

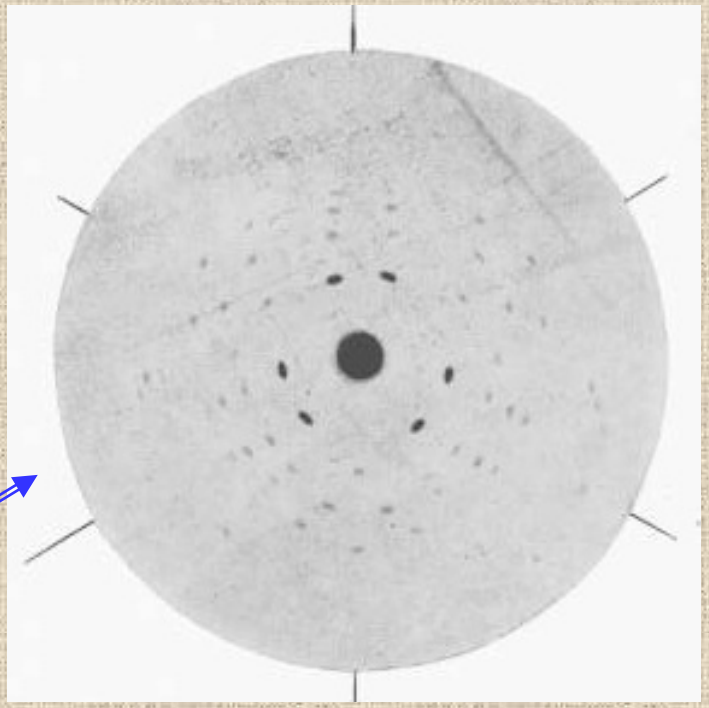
Эксперимент М.Лауэ (1912 год)

Источник рентгеновских лучей

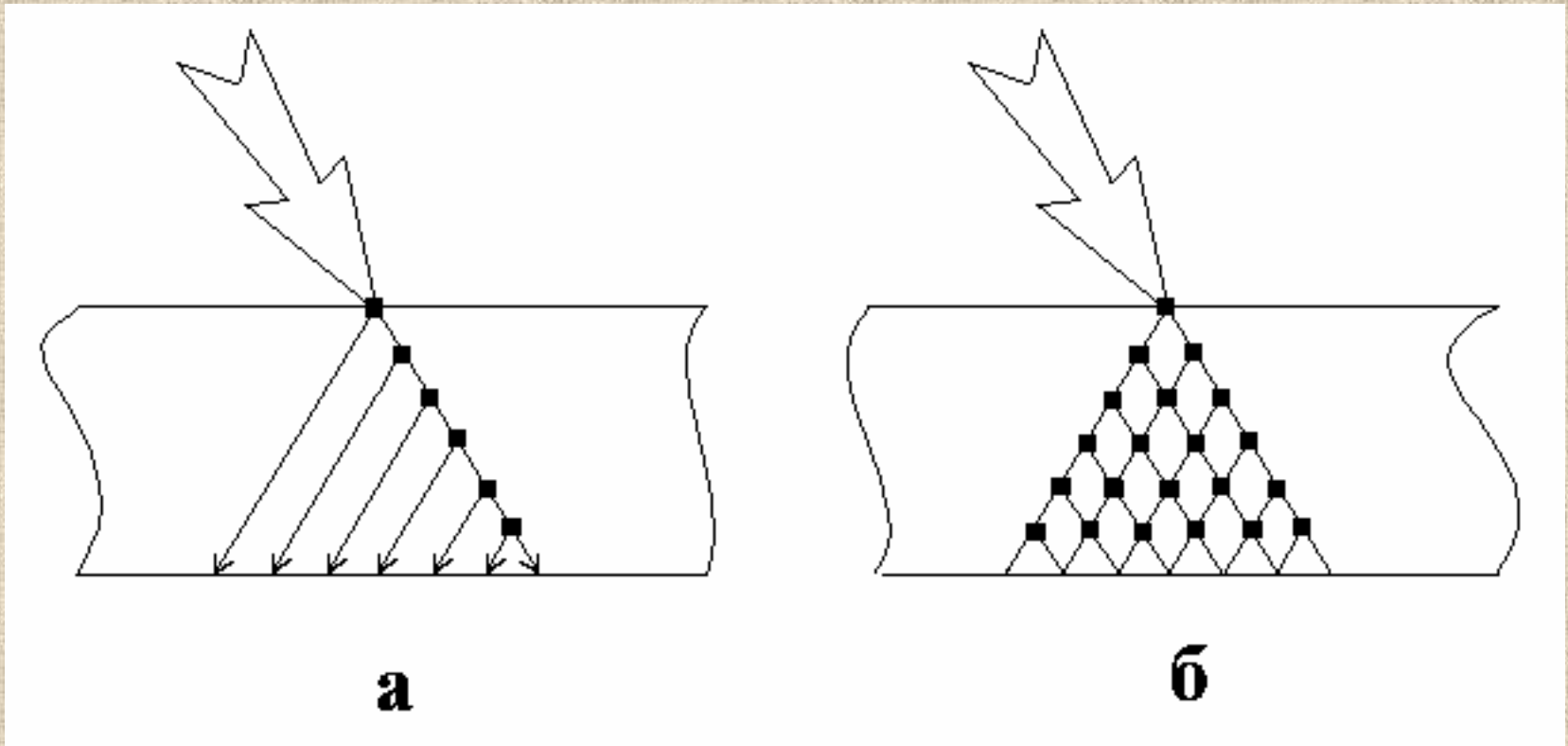
Кристалл - образец



Детектор – фотопленка

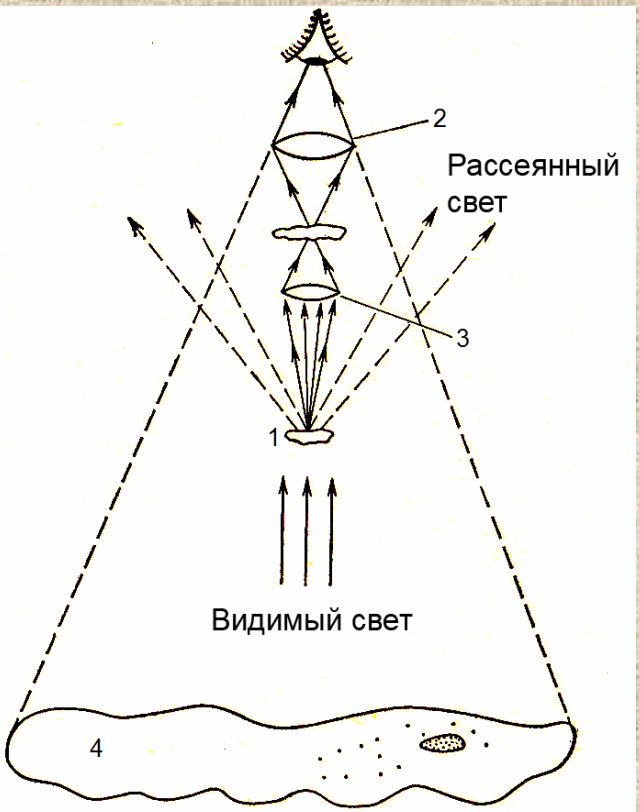


Рассеяние на бесконечной периодической решетке



(а) – кинематическое рассеяние; (б) – динамическое рассеяние

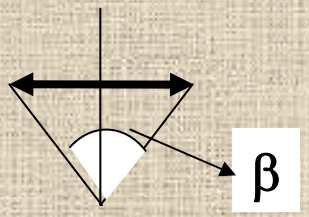
Аналогии между световым или электронным микроскопами и дифракцией рентгеновских лучей

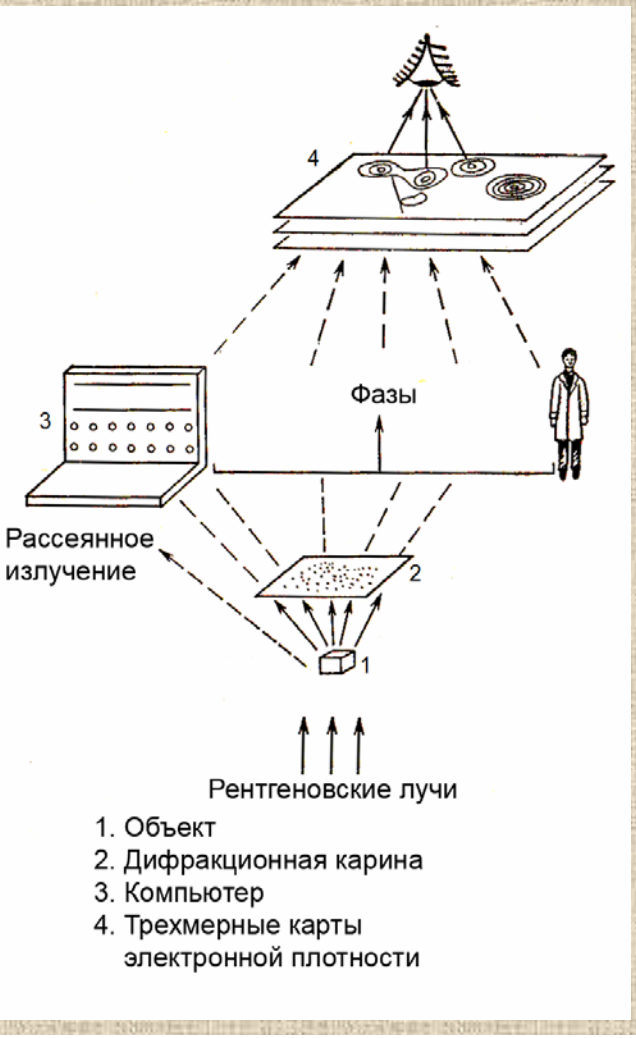


1. Объект
2. Окуляр
3. Объектив
4. Увеличенное изображение объекта

$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}$$

$$A = n \cdot \sin\beta$$





1. Объект
2. Дифракционная карина
3. Компьютер
4. Трехмерные карты электронной плотности

Микроскопия

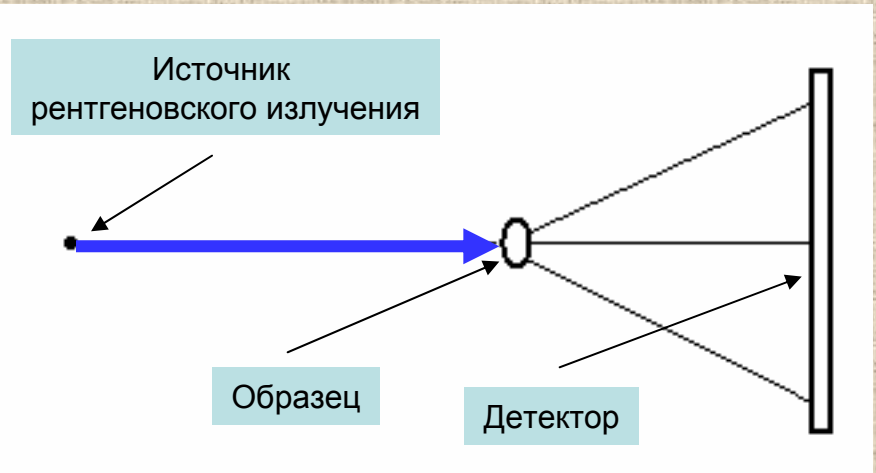
Рентгеновский структурный анализ

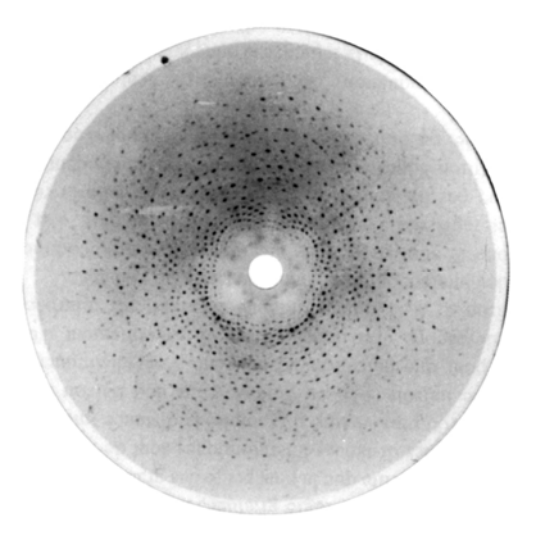
Длины волн K-серий элементов, употребляемых в качестве антикатодов (анодов) в рентгеноструктурном анализе

Антикатоды		Длина волны, Å			Порог возбуждения Vk, в
Элементы	Атомный номер, символ	$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	$K_{\beta 1}$	
Хром	24 Cr	2,290	2,085	2,085	5950
Железо	26 Fe	1,936	1,757	1,757	7100
Кобальт	27 Co	1,789	1,621	1,621	7700
Никель	28 Ni	1,658	1,500	1,500	8300
Медь	29 Cu	1,540	1,392	1,392	9000
Молибден	42 Mo	0,7093	0,6323	0,6323	20000
Родий	45 Rh	0,6132	0,5456	0,5456	23400
Палладий	46 Pd	0,5854	0,5205	0,5205	24500
Серебро	47 Ag	0,5594	0,4970	0,4970	25600
Вольфрам	74 W	0,2090	0,1844	0,1844	69500

Линии K-серии вольфрама никогда не используются в качестве монохроматического излучения

Источники информации в структурном анализе





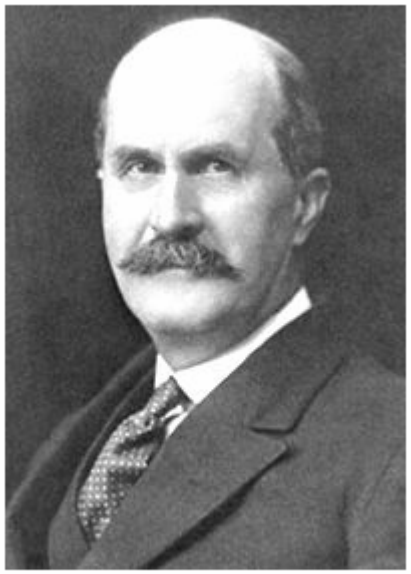
1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

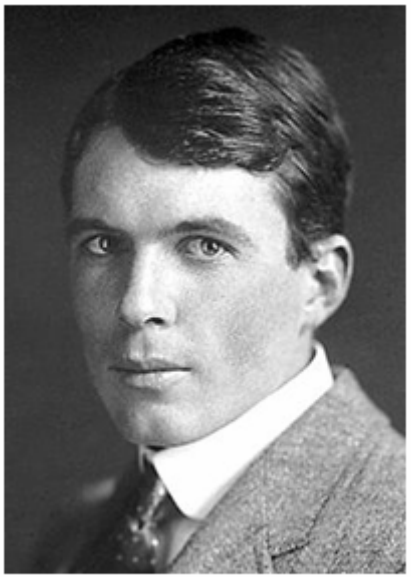
$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

3. Тонкая структура дифракционных рефлексов и диффузного рассеяния → Реальная структура кристаллов - дефекты, нарушения совершенства кристаллов

Уильям Генри Брэгг и
Уильям Лоренс Брэгг
получили Нобелевскую премию
по физике, 1915,
за создание метода рентгеноструктурного анализа



Уильям Генри Брэгг

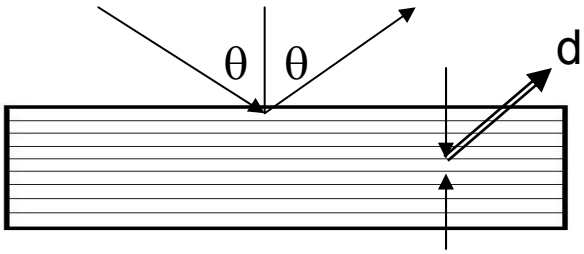


Уильям Лоуренс Брэгг

сэр Уильям Генри Брэгг
Sir William Henry Bragg
02-07-1862 – 12-03-1942 (79 лет)
- Английский физик, лауреат
Нобелевской премии по физике за 1915 год
(совместно со своим сыном У.Л.Брэггом)

Брэгг учился в колледже короля Вильгельма на острове Мэн и по окончании — в колледже Тринити в Кембриджском университете который закончил в 1884 году (магистр гуманитарных наук). В 1886 в возрасте 24 лет он становится профессором в Аделаидском университете в южной Австралии, где возглавляет кафедру математики и физики. В 1906 г. становится членом королевского научного общества. После 20 лет жизни в Австралии возвращается в 1909 г. в Англию и получает место профессора в университете Лидса. Спустя 6 лет, в 1915 г., Брэгг становится профессором физики в университете Лондона.

В 1913 г. совместно с сыном Брэгг занялся изучением дифракции рентгеновских лучей, годом ранее открытой М. фон Лауэ. Предположив, что атомы в кристаллах образуют семейства параллельных плоскостей, отец и сын предложили формулу, связывающую длину волну излучения, расстояние между параллельными плоскостями кристалла и угол, под которым наблюдается дифракционный максимум. Это же условие в том же году было независимо получено русским кристаллографом Ю.В. Вульфом и в отечественной научной литературе получило название уравнения Вульфа-Брэггов (в западной литературе имя Вульфа не используется). Это уравнение легло в основу рентгеноструктурного анализа. Помимо уравнения, описывающего закон дифракции, Брэгг создал первый прибор для регистрации дифракционной картины и вместе с сыном разработал основы метода определения структуры кристаллов по дифракционной картине рентгеновских лучей. Использование этого прибора позволило Брэггам установить структуру многих простых кристаллов, первым из которых был NaCl.

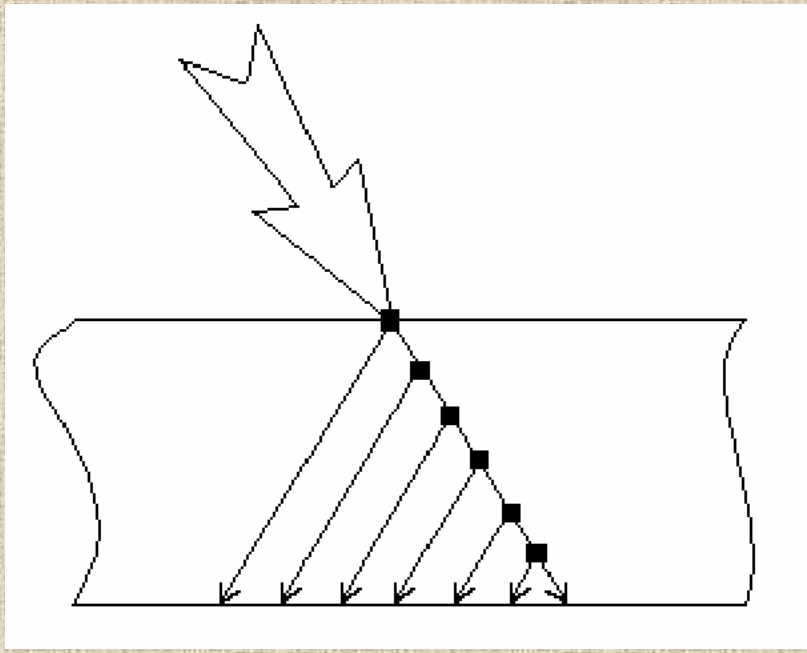


$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

θ–угол дифракции; d-расстояние между плоскостями

ОСНОВЫ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Рассеяние на бесконечной периодической решетке



Однократные акты рассеяния

Кинематическое рассеяние

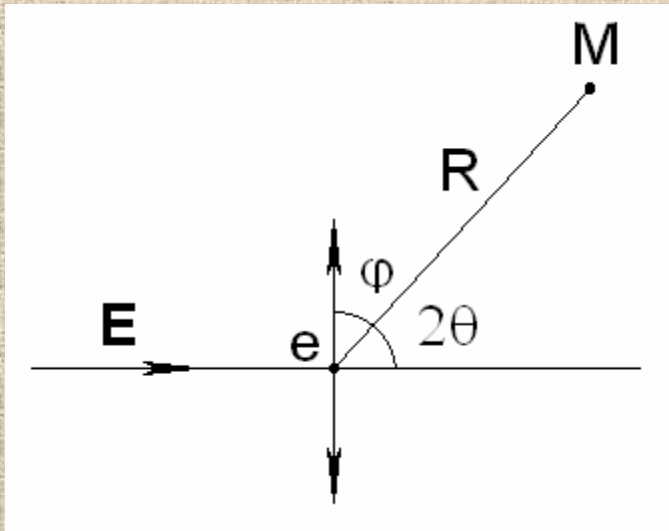
Рассеяние рентгеновских лучей на свободных электронах

$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot \exp(i\omega t)$$

$$m \cdot \frac{d^2x}{dt^2} = e\mathbf{E}$$

$$m\ddot{x} = e\mathbf{E}$$

$$\ddot{x} = e\mathbf{E}/m$$



Формула Томпсона

$$\left|\mathbf{E}^e\right| = \left|\mathbf{H}^e\right| = \ddot{x} \cdot \frac{e}{c^2 R} \cdot \sin\varphi = \left|\mathbf{E}_0\right| \cdot \frac{e^2}{mc^2} \cdot \frac{\sin\varphi}{R}$$

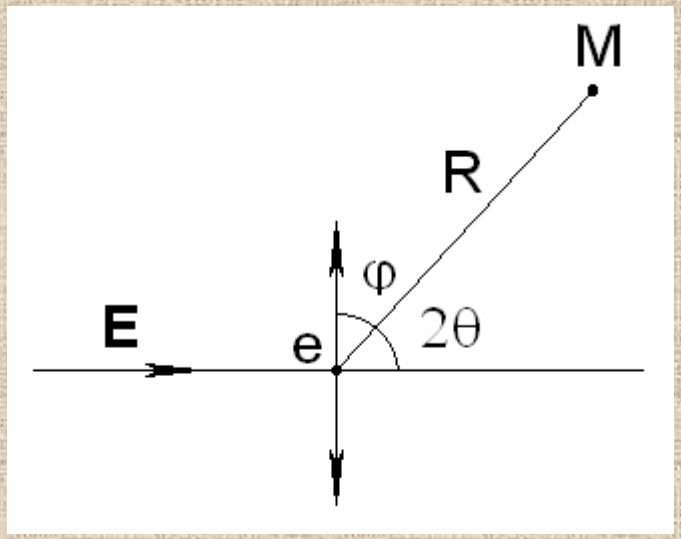
$$I(\varphi) = \left|\mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^*\right| = I_0 \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{\sin^2\varphi}{R^2}$$

I_0 - интенсивность первичного пучка; R - расстояние до точки наблюдения;

$\frac{e^2}{mc^2}$ - классический радиус электрона; $\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2$ - сечение рассеяния электрона (множитель Томпсона).

Рассмотрим два случая: 1. Вектор электрического поля перпендикулярен плоскости рисунка - $\varphi = 90^0$ (σ–поляризация)

2. Вектор электрического поля лежит в плоскости рисунка - $\varphi = \frac{\pi}{2} - 2\theta$ (π–поляризация)



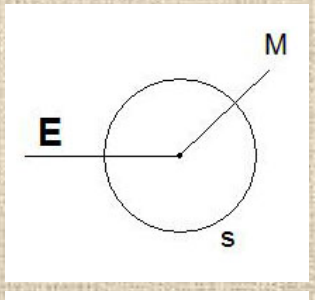
$$I(\varphi) = \left|\mathbf{E}\cdot\mathbf{E}^*\right| = I_0\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2\cdot\frac{\sin^2\varphi}{R^2}$$

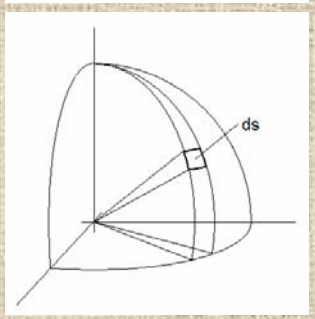
$$I_\perp = I_0\cdot\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2\cdot\frac{1}{R^2} \qquad I_\parallel = I_0\cdot\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2\cdot\frac{\cos^2 2\theta}{R^2}$$

$$I = \frac{I_\parallel + I_\perp}{2} = I_0\cdot\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2\cdot\frac{1}{R^2}\cdot\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}$$

$$I_e = I_0\cdot\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2\cdot\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}\right)$$

Множитель $\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}$ получил название поляризационного множителя.





$$P = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \int_S \frac{1+\cos^2 2\theta}{2} \cdot ds = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{8\pi}{3}$$

$$\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \approx 10^{-24}\,\text{см}^2$$

$$\approx 1.5 \cdot 10^{-8}\,\text{см}^2$$ радиус атома составляет

$$\approx 10^{-3}\,\text{см}^3$$ облучаемый объем

$$\approx 4 \cdot 10^{19}$$ число атомов в таком объеме

$$\approx 4 \cdot 10^{-5} \cdot Z$$ доля рассеянной энергии т.е.

$$10^{-5} \div 10^{-3}$$

$$\frac{e}{m} = 5,31 \cdot 10^{-17}$$

$$e = 4,77 \cdot 10^{-10}\,(CGSE)$$

$$C = 3 \cdot 10^{10}$$

m_e=9,1083x10^{-28} г

m_p=1,65x10^{-24} г

$$V_a = \frac{4}{3}\pi r^3 = \frac{4 \cdot 3,14 \cdot 1,5^3 \cdot \left(10^{-8}\right)^3}{3} = 14,13 \cdot 10^{-24}\,sm^3$$

$$V_{\exp} \approx 10^{-3}\,sm^3$$

$$n = \frac{V_{\exp}}{V_a} = \frac{10^{-3}}{14,13 \cdot 10^{-24}} = 7 \cdot 10^{19}$$

$$I_e = 7,90 \cdot 10^{-26} \cdot I_0 \cdot \left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}\right)$$

Электроны

$$\lambda_e = \frac{h}{mv}$$

$$\lambda_e = \frac{h}{\sqrt{2mE}} = \frac{12,5}{\sqrt{U}}$$

$$eE = \frac{mv^2}{2}$$

$$v = \sqrt{\frac{2eE}{m}}$$

1Å=10^{-10}м

Рентгеновские лучи

$$h\nu = eE$$

$$\lambda_{\min} = h / eE = \frac{12,394}{V(вольт)}$$

Граница Дуана-Ханта

Нейтроны

$$\lambda_n = \frac{h}{mv}$$

Формула де-Бройля

нейтроны с длиной волны ~*1Å* имеют энергию ~*0.08эв* что соответствует температуре нейтронов около *600K*.

Источник электронов – электронная пушка

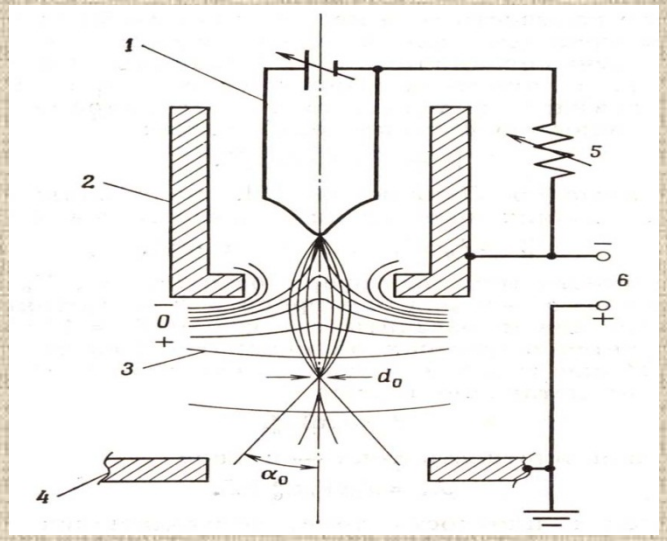
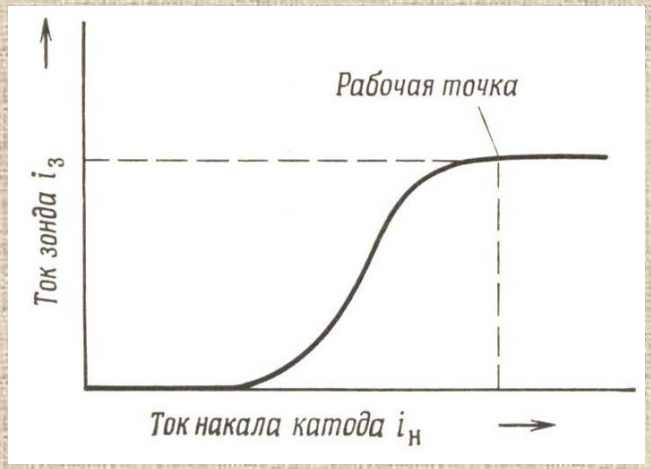


Схема электронной пушки с автоматическим смещением

1 – катод;
2 – модулятор;
3 – эквипотенциальные линии электрического поля;
4 – анод;
5 – омическое сопротивление втоматического смещения; высокое напряжение



Зависимость тока зонда от тока накала вольфрамового катода

$$J_0 = AT^2 e^{-\left(\frac{\varphi}{kT}\right)} (A/см^2)$$

Закон Ричардсона,
Работа выхода для вольфрамого катодам φ_w~4,5эв

Плотность тока
J_0=1,75А/см^2 Т=2700°С

ПОЛУЧЕНИЕ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ

ТЕПЛОВЫЕ НЕЙТРОНЫ

Медленные нейтроны с кинетич. энергией в интервале 0,5 *эв - 5 Мэв.* называются тепловыми, т. к. получаются при *замедлении нейтронов* до теплового равновесия с атомами замедляющей среды *(термализация нейтронов).* Распределение *т. н.* в замедлителе по скоростям определяется в соответствии с *распределением Максвелла* для молекул газа. Скорость *т. н.* с энергией 0,025 *эв* равна 2200 *м/сек* и длина волны де Бройля лямбда = 1,8 А.

Длина волны *тепловых нейтронов* близка к величинам межатомных расстояний в твёрдых телах, то дифракция *т. н.* используется для изучения структуры твёрдых тел. Наличие у *нейтрона* магнитного момента позволяет методом когерентного магнитного рассеяния *т. н.* изучать магнитную структуру твёрдых тел. Изменения энергии при неупругом рассеянии *т. н.* в конденсированных средах сравнимы с их начальной энергией, поэтому неупругое рассеяние *т. н.* является методом исследования движения атомов и молекул в твёрдых телах и жидкостях (см. *Нейтронография). Т. н.* имеют огромное значение для работы *ядерного реактора,* т. к. вызывают цепную реакцию деления U и Pu. Велика также роль *т. н.* в произ-ве радиоактивных изотопов.

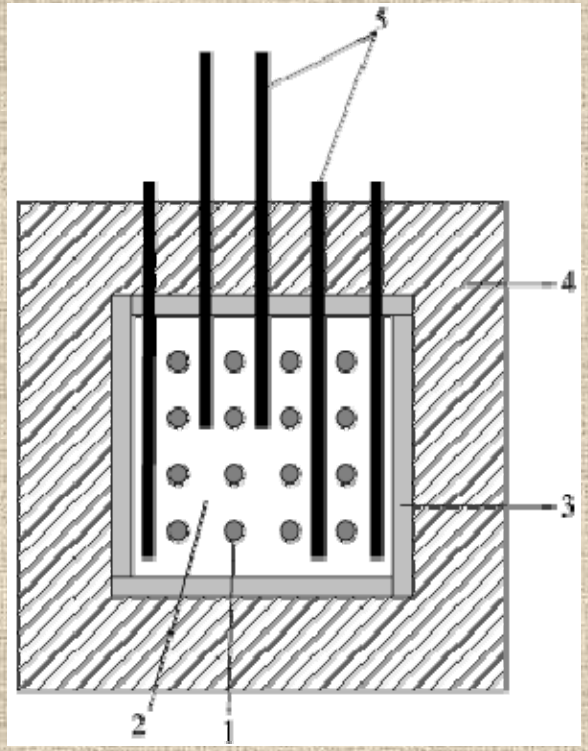
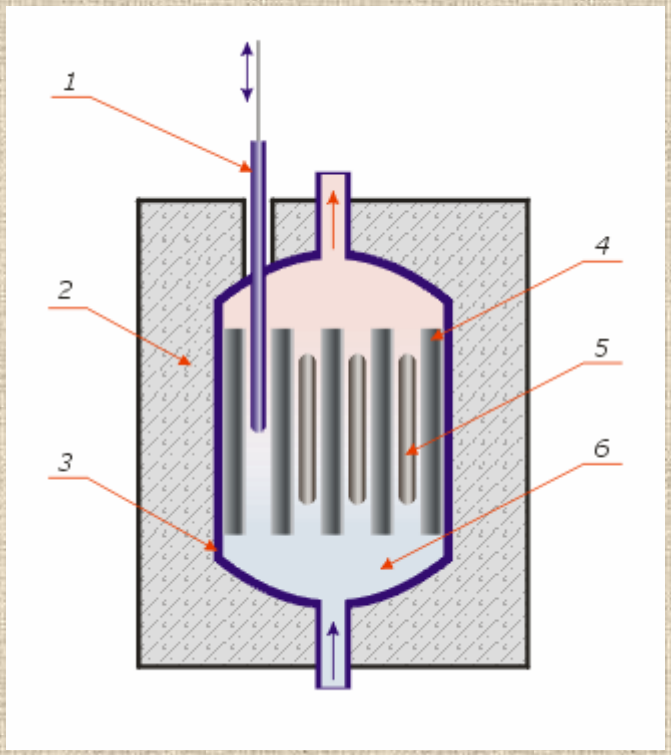


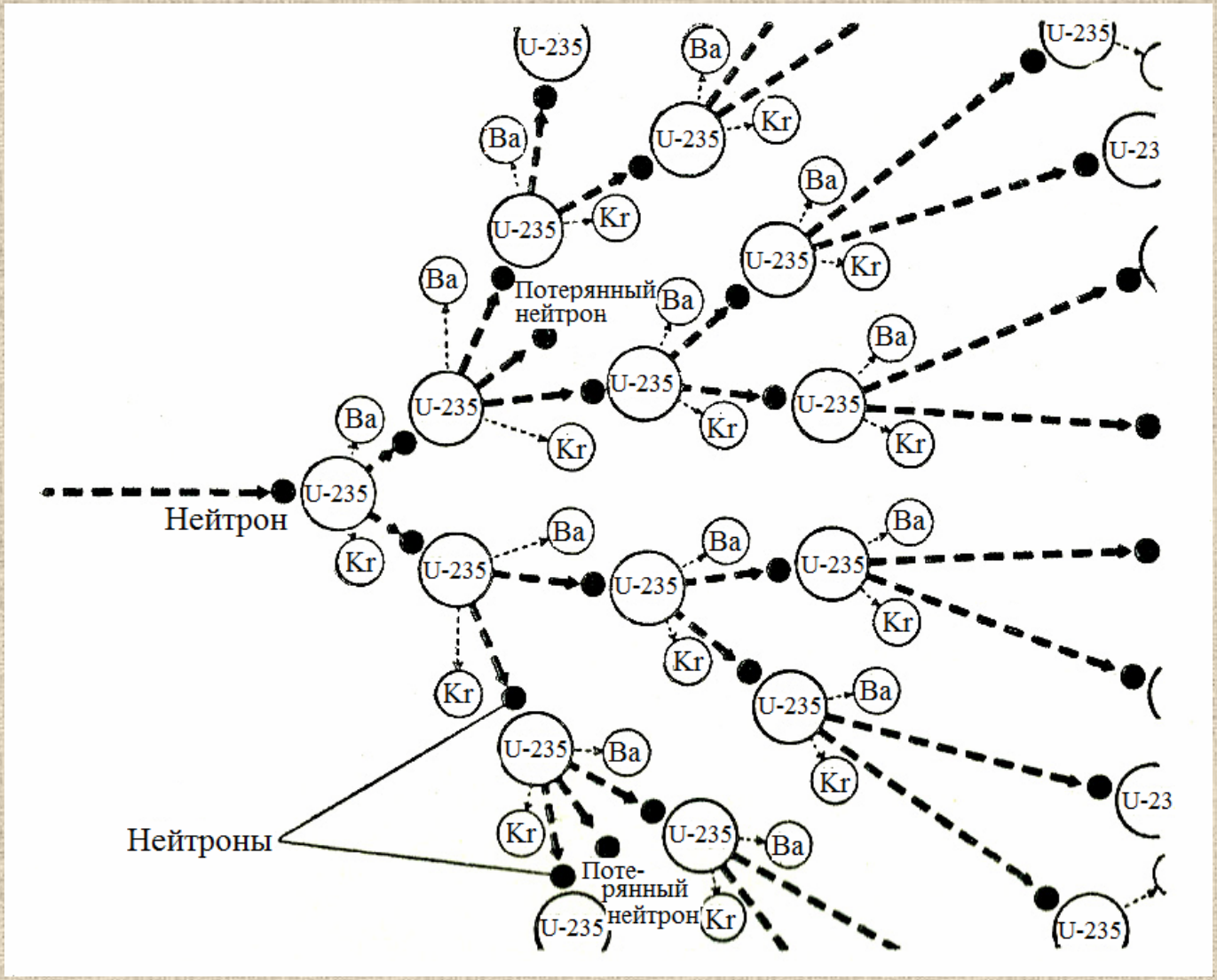
Схема ядерного реактора:
1 - ядерное топливо,
2 - замедлитель,
3 - отражатель нейтронов,
4 - защита,
5 - регулирующие стержни.

$$E = mc^2$$

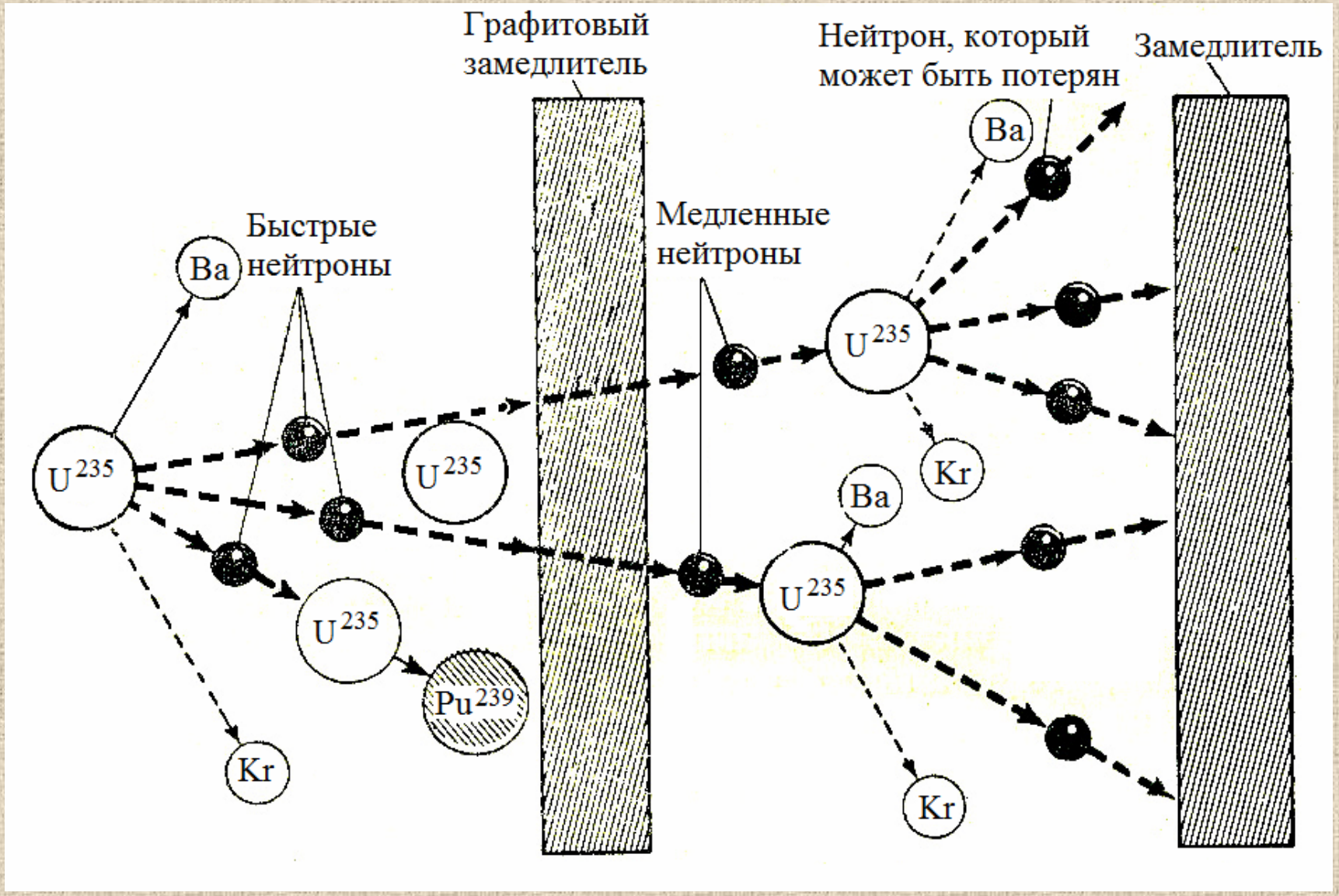
1 г. угля – $2{,}9 \times 10^{11}$ эрг
1 г. U235 – $8{,}1 \times 10^{17}$ эрг



Схематическое устройство реактора на тепловых нейтронах
1 — управляющий стержень;
2 — биологическая защита;
3 — теплоизоляция;
4 — замедлитель;
5 — ядерное топливо;
6 — теплоноситель.

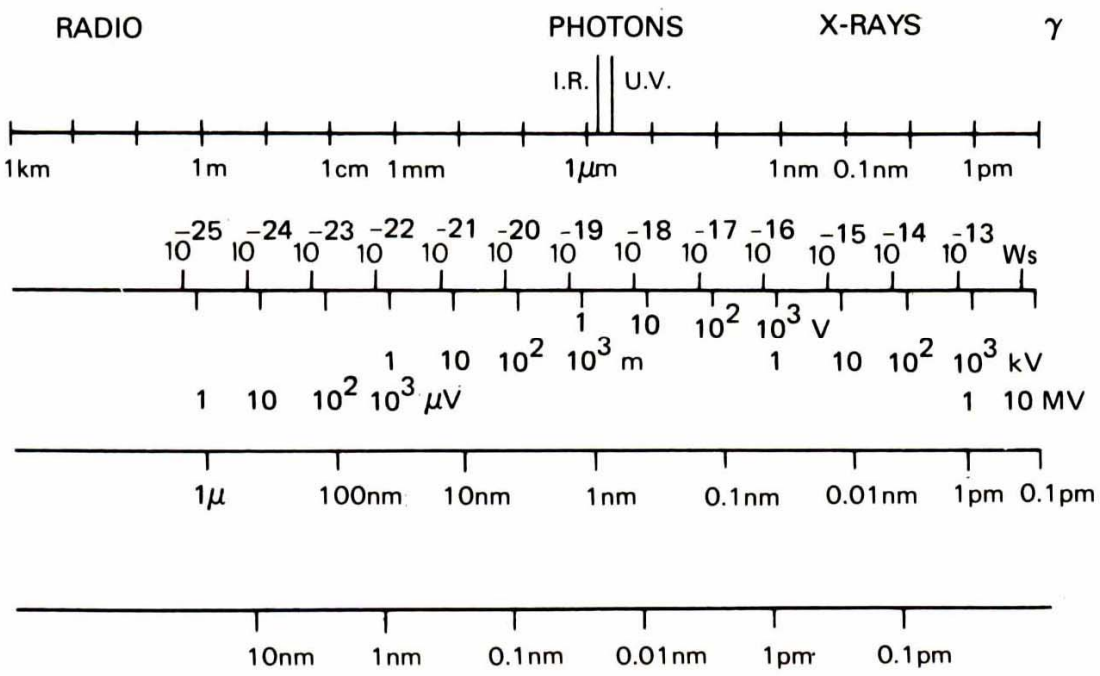


Цепная реакция – результат бомбардировки ядер U^{235} нейтронами. Для поддержания реакции необходимо чтобы число нейтронов возникающих при расщеплении было больше числа поглощенных нейтронов.



Цепная реакция деления будет происходить при условии если быстрые нейтроны образовывающиеся при спонтанном распаде ядер U^{235} будут достаточно медленными (тепловыми) и могут быть захвачены другими ядрами U^{235}

Спектр длин волн электромагнитного излучения, электронов, протонов



Длины электромагнитных волн

Энергия квантов

Энергия ускоренных электронов

Дебройлевская длина волны электронов

Соответствующая длина волны протонов

Длины волн электромагнитного излучения

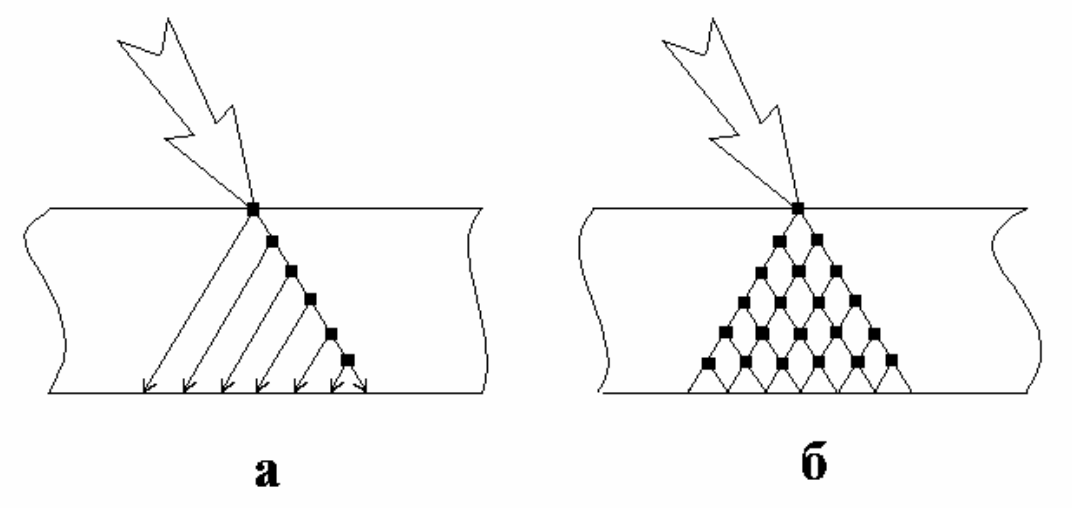
γ-лучи	$10^{-11} – 10^{-9}$ см
X-ray	$10^{-10} – 10^{-9}$ см
УФ	$10^{-7} – 0.4\ 10^{-4}$ см
Видимый свет	$0.4\ 10^{-4} – 0.7\ 10^{-4}$ см
ИК	$0.7\ 10^{-4} – 0.01$ см
Радио волны	0.01 см – 3-4 км

Длины волн электронов различных энергий

E(kV)	λ_e (Å) классическая	λ_e (Å) релятивистская
1	0,3876	0,3876
10	0,1226	0,1220
100	0,0387	0,0370
400	0,0193	0,0164

$1Å=10^{-10}$ m$=10^{-8}$ cm$=10^{-7}$mm
$1\mu=10^{-6}$ m
$1nm=10^{-9}$ m

Рассеяние на бесконечной периодической решетке



(а) – кинематическое рассеяние; (б) – динамическое рассеяние

$$E^{e} = \left(\frac{e^2}{mc^2}\right) \cdot \frac{E_0}{R}$$

$$E^{a} = \left(\frac{e^2}{mc^2}\right) \cdot \frac{E_0}{R} \cdot f(\theta)$$

$$\left(\frac{e^2}{mc^2}\right) \approx 10^{-12}$$

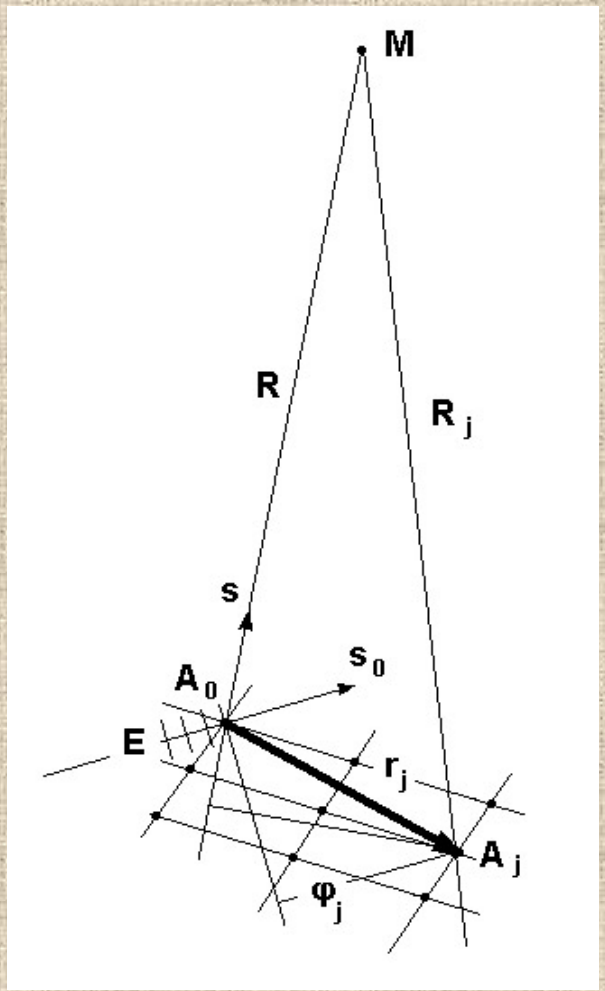
Интерференционная функция ЛАУЭ

a, b, c

$$\mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$

где *m,n,p* - целые числа.

Rj (*R* много больше размеров кристалла), **s**-направление на точку наблюдения M



$$|k| = \frac{2\pi}{\lambda}$$

$\mathbf{s}_0$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i(\omega t - \varphi)}$$

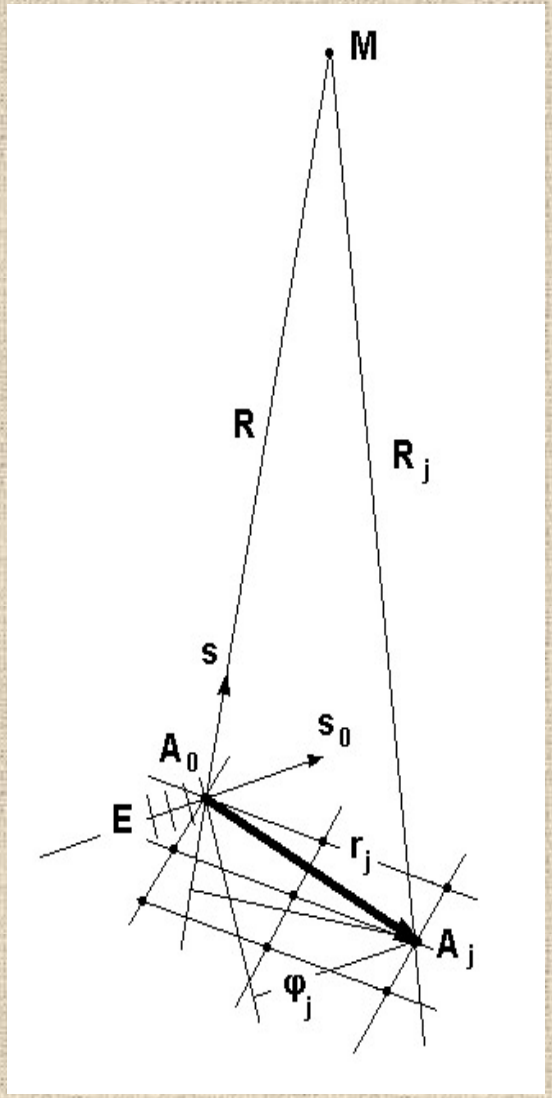
$$\varphi_j = k\left(\mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j\right)$$

$$\mathbf{E}_{A_j} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i\left[\omega t - k\left(\mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j\right)\right]}$$

$$k = |\mathbf{k}|$$

$$E_j^M = \frac{\mathbf{E}_0}{|\mathbf{R}_j|} \cdot e^{-\left[\omega t - k\left(\mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j\right) - k\mathbf{R}_j\right]}$$

$$\varphi^M = k\mathbf{R}_j$$



$$\mathbf{R}_j = \mathbf{R} - (\mathbf{s}, \mathbf{r}_j)$$

$$|\mathbf{R}_j| \gg |\mathbf{r}_j| \qquad |\mathbf{R}_j| \approx |\mathbf{R}|$$

$$\mathbf{E}_j = \frac{\mathbf{E}}{|\mathbf{R}_j|} \cdot e^{i\left[\omega t - k(\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j}) - k\mathbf{R_j}\right]} =$$

$$= \frac{\mathbf{E}}{R_j} \cdot e^{i\left[\omega t - k(\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j}) - (k\mathbf{R}) + k(\mathbf{s}, \mathbf{r_j})\right]} = \frac{\mathbf{E}}{R} \cdot e^{i(\omega t - k\mathbf{R})} e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j})}$$

$$E^M = \frac{E_0}{R} \cdot e^{i(\omega t - kR)} \cdot \sum_j e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j})}$$

$$\mathbf{r_j} = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$

$$\mathbf{E}(t) = \frac{\mathbf{E}_0}{R} \cdot e^{i(\omega t - k\mathbf{R})}$$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}(t) \cdot \sum_{m=0}^{N} \sum_{n=0}^{N} \sum_{p=0}^{N} e^{ik\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}), (\mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p)\right]} = \mathbf{E}(t) \cdot \mathrm{L}(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0)$$

$$L(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0)=\prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N}e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}]}$$

$$\Psi_a=\frac{k}{2}\cdot[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}],\ \Psi_b=\frac{k}{2}\cdot[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{b}],\ \Psi_c=\frac{k}{2}\cdot[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{c}]$$

Сумма стоящая под знаком произведения – геометрическая прогрессия

$$a_1=1 \qquad q=e^{-ik[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}]}=e^{-2i\psi_a} \qquad S_n=\frac{a_1(1-q^n)}{1-q}$$

$$\sum_{m=0}^{N}e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}]}=\sum_{0}^{N}e^{2im\psi_a}=\frac{1-\exp(2iN\Psi_a)}{1-\exp(2i\Psi_a)}$$

$$I=E\cdot E^*=\left[\frac{1-\exp(2iN\Psi_a)}{1-\exp(2i\Psi_a)}\cdot\frac{1-\exp(-2iN\Psi_a)}{1-\exp(-2i\Psi_a)}\right]=$$

$$=\frac{1-\exp(-2iN\Psi_a)-\exp(2iN\Psi_a)+1}{1-\exp(-2i\Psi_a)-\exp(2i\Psi_a)+1}=$$

$$=\frac{2[1-Cos2N\Psi_a]}{2[1-Cos2\Psi_a]}=\frac{2Sin^2(N\Psi_a)}{2Sin^2(\Psi_a)}=\frac{Sin^2(N\Psi_a)}{Sin^2(\Psi_a)}$$

$$\begin{cases}\dfrac{e^{ix}+e^{-ix}}{2}=\cos x\\[2ex]\dfrac{e^{ix}-e^{-ix}}{2i}=\sin x\end{cases}$$

$$2Cos^2\frac{\alpha}{2}=1+\cos\alpha$$

$$2Sin^2\frac{\alpha}{2}=1-Cos\alpha$$

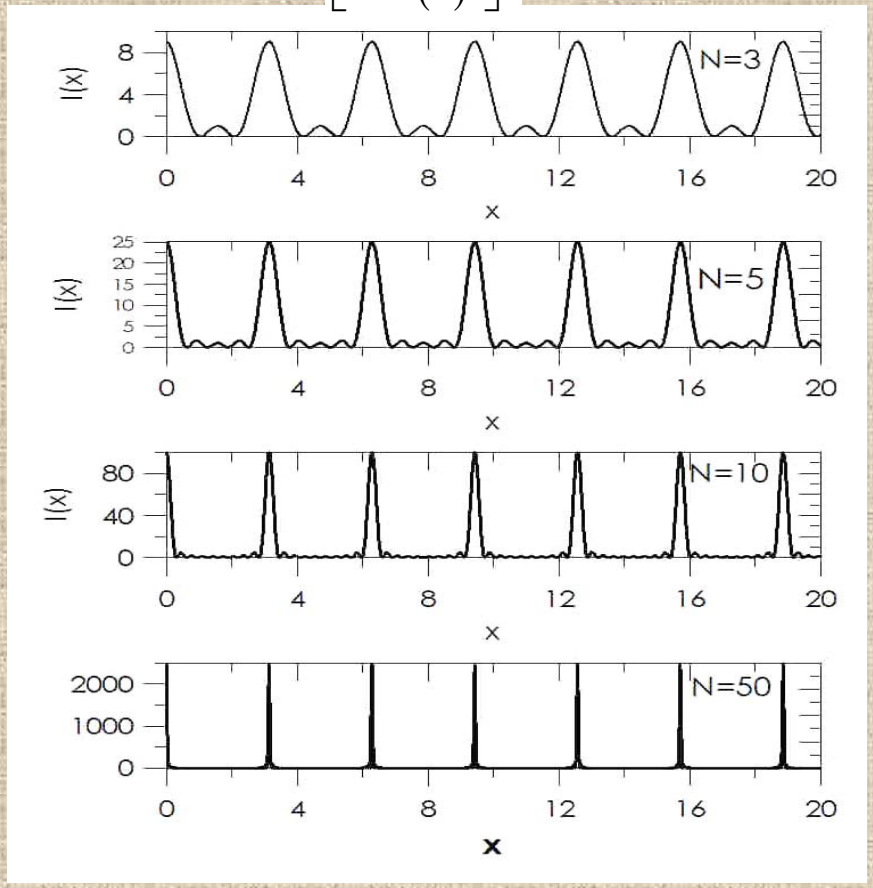
$$I = \left(\frac{E}{R}\right)^2 \cdot \prod_{a,b,c}^{3} \frac{\sin^2(N\Psi_a)}{\sin^2(\Psi_a)}$$

Положения главных максимумов

$$\begin{cases} \Psi_1 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{a} \right] = \pi h, \\ \Psi_2 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{b} \right] = \pi k, \\ \Psi_3 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{c} \right] = \pi l \end{cases}$$

hkl – целые числа

$$\left[\frac{\sin(Nx)}{\sin(x)}\right]^2$$



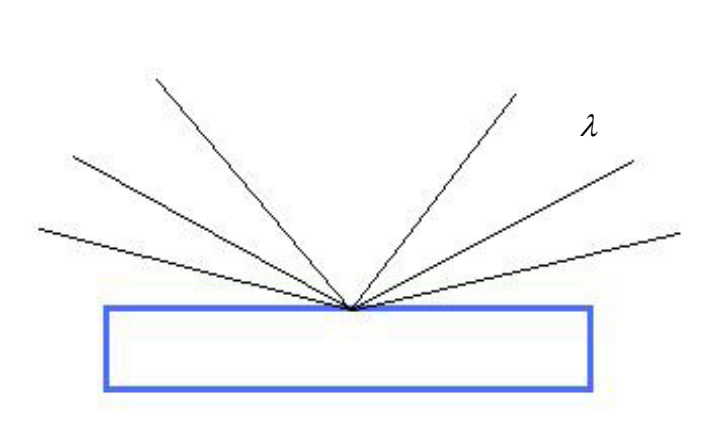
Амплитуды главных максимумов

$$I_{max} = \left(\frac{E}{R}\right)^2 \cdot \left(N^3\right)^2$$

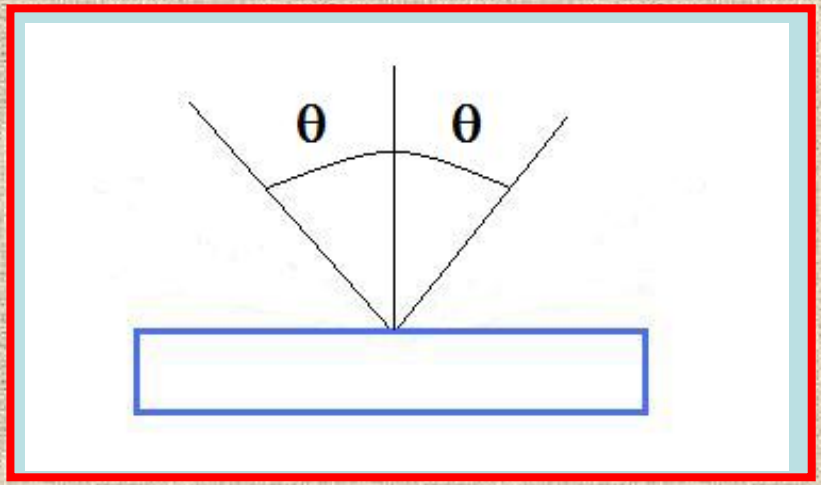
Положения побочных максимумов

$$\Psi_1 = h \pm \frac{3}{2N}, h \pm \frac{5}{2N}$$

В диапазоне видимого света отраженный от зеркала луч существует для любого угла падания. Причем угол падения всегда равен углу отражения.



Для рентгеновского излучения угол отражения от плоскости (hkl) всегда строго фиксирован и определяется соотношением Брегга



Видимый свет $\lambda \gg a$

Рентгеновское излучение $\lambda \approx a$

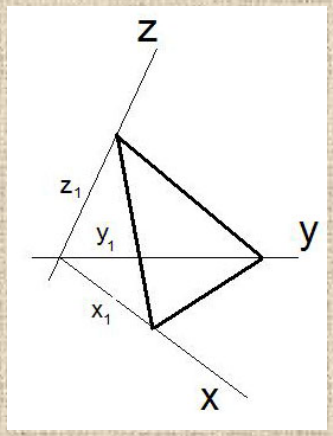
Угол θ может быть любой

$$2d \sin\theta = \lambda$$

Индексы Миллера

Пусть **a,b,c** - элементарные векторы прямой (атомной) решетки. Они описывают элементарную ячейку кристалла. Вектор **r=a**m+**b**n+**c**p - трансляционный вектор прямой решетки. Здесь m,n,p – целые числа. Тогда положение любого узла атомной решетки будет описывается этим вектором трансляции .

Вначале введем понятие индексов Миллера. Это общепринятые обозначения плоскости в прямой решетки. Введем в атомной решетке систему координат X,Y,Z. В зависимости от типа атомной решетки это необязательно должна быть прямоугольная решетка. Запишем уравнение любой плоскости в виде уравнения в отрезках отсекаемых этой плоскостью на осях координат x_1, y_1 z_1.



$$\frac{x}{x_1}+\frac{y}{y_1}+\frac{z}{z_1}=1$$

Это уравнение можно переписать, если записать все координаты в относительных единицах через вектора элементарной ячейки .

$$\frac{x/a}{x_1/a}+\frac{y/b}{y_1/b}+\frac{z/c}{z_1/c}=1$$

Введем такие обозначения

$$h=\frac{a}{x_1}\cdot r,\ k=\frac{b}{y_1}\cdot r,\ l=\frac{c}{z_1}\cdot r$$

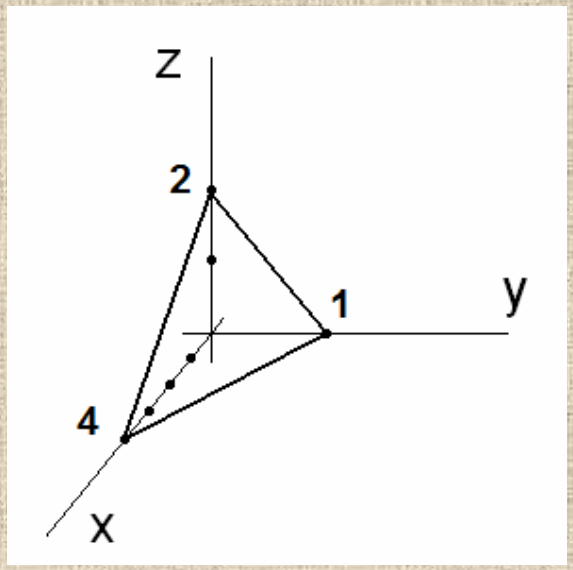
Тогда уравнение плоскости можно переписать в виде, здесь *r* целое число.

$$\frac{x}{a}\cdot h+\frac{y}{b}\cdot k+\frac{z}{c}l=r$$

заменяя абсолютные (x/a, y/b, z/c) координаты на относительные (x', y', z') получим

$$x'h+y'k+z'l=r$$

Набор индексов (h,k,l) полностью характеризует положение плоскости в пространстве системы координат XYZ. Эти индексы получили название в литературе индексов Миллера. Если *r*=0 плоскость проходит через начало координат, если *r*=1 это ближайшая к началу координат плоскость.



Рассмотрим такой пример. Пусть плоскость отсекает на осях координат отрезки [[400]], [[010]], [[020]]. Возьмем обратные величины этих отрезков – ¼, 1/1, ½ и умножим эти числе на 4, чтобы получить наименьшие целые значения (142). Это и будут индексы Миллера для этой системы плоскостей. Причем все плоскости параллельные этой плоскости и проходящие через узлы кристаллической решетки будут описываться этой тройкой индексов. Эти плоскости будут различаться только порядковым номером плоскости, который входит в уравнение плоскости в виде параметра r.

Обратная решетка. Её свойства

$\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$

$\mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$

Здесь *m,m,p*–целые числа

$\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$

$\mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$

Здесь *h,k,l* – тоже целые числа

$$\begin{cases} (\mathbf{a}, \mathbf{a}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{b}^*) = (\mathbf{c}, \mathbf{c}^*) = 1 \\ (\mathbf{a}, \mathbf{b}^*) = (\mathbf{a}, \mathbf{c}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{a}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{c}^*) = (\mathbf{c}, \mathbf{a}^*) = (\mathbf{c}, \mathbf{b}^*) = 0 \end{cases}$$

Эти тождества определяют вектора обратной решетки

Например, равенство (**a,b***)=(**c,b***)=0 говорит о том, что вектор **b*** перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **a** и **c**. Соответственно равенство **(a,c*)=(b,c*)=0** указывает на то, что вектор **c*** перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора, **a** и **b**. Ну а равенство **(b,a*)=(c,a*)=0** свидетельствует о том, что вектор **a*** - перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **b c**. Следовательно, можно записать

$$\begin{cases} \mathbf{a}^* = \alpha_1 [\mathbf{bc}] \\ \mathbf{b}^* = \alpha_2 [\mathbf{ca}] \\ \mathbf{c}^* = \alpha_3 [\mathbf{ab}] \end{cases}$$

Здесь α_1, α_2, α_3 неизвестные коэффициенты пропорциональности. Воспользуемся первым условием для векторов обратной решетки. Подставим в него полученные нами значения векторов обратной решетки

$$(\mathbf{a}, \mathbf{a}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{b}^*) = (\mathbf{c}, \mathbf{c}^*) = (\mathbf{a}, \alpha_1 [\mathbf{bc}]) = (\mathbf{b}, \alpha_2 [\mathbf{ca}]) = (\mathbf{c}, \alpha_3 [\mathbf{ab}]) = 1$$

Последние три равенства можно переписать так

$$\alpha_1\left(\mathbf{a},[\mathbf{bc}]\right)=\alpha_2\left(\mathbf{b},[\mathbf{ca}]\right)=\alpha_3\left(\mathbf{c},[\mathbf{ab}]\right)=1$$

Однако из векторной алгебры известно, что смешанное произведения трех векторов **a,b,c** образующих параллелепипед равно объему этого параллелепипеда. Т.е.

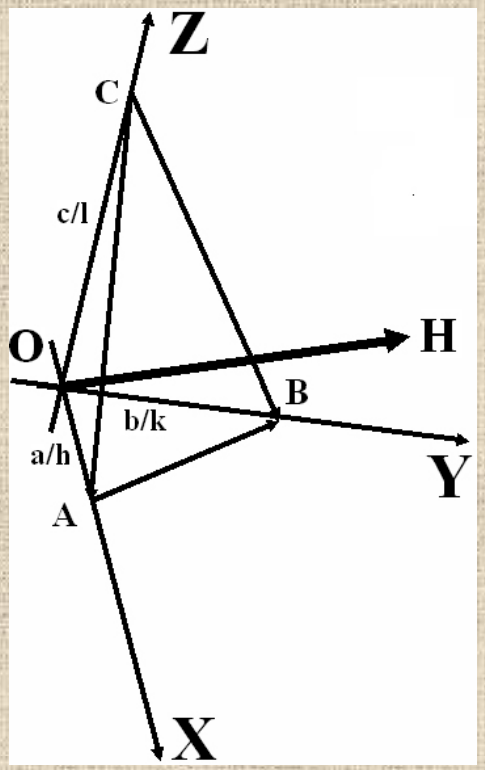
$$V=\left(\mathbf{a}[\mathbf{bc}]\right)=\left(\mathbf{b}[\mathbf{ca}]\right)=\left(\mathbf{c}[\mathbf{ab}]\right)$$

Тогда $\alpha_1=\alpha_2=\alpha_3=\frac{1}{V}$

и следовательно

$$\begin{cases}\mathbf{a}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{bc}]\\ \mathbf{b}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{ca}]\\ \mathbf{c}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{ab}]\end{cases}$$

Свойства вектора обратной решетки



$$\mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$$

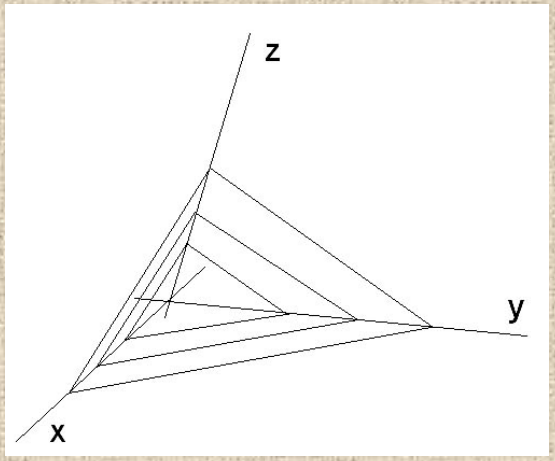
1. Вектор обратной решетки **H** всегда перпендикулярен плоскости прямой решетки с индексами (*hkl*).

$$\mathbf{AB} = \mathbf{OB} - \mathbf{OA} = \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h} \qquad \mathbf{CB} = \mathbf{OB} - \mathbf{OC} = \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{c}}{l}$$

$$\mathbf{CA} = \mathbf{OA} - \mathbf{OC} = \frac{\mathbf{a}}{h} - \frac{\mathbf{c}}{l}$$

$$\left(\mathbf{H}, \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h}\right) = \left(h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*, \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h}\right) = 1 - 1 = 0$$

Если две любых прямых линии лежащих в плоскости перпендикулярны какому либо вектору не лежащему в этой плоскости - этот вектор обязательно перпендикулярен этой плоскости.



2. Модуль вектора обратной решетки H всегда равен обратной величине межплоскостного расстояния для плоскостей с индексами (*hkl*).

$$|\mathbf{H}| = \frac{1}{d_{hkl}}$$

Атомную решетку любой симметрии можно представить как набор семейств плоскостей с индексами (*hkl*), ($h_1k_1l_1$), ($h_2k_2l_2$), ….

$$\mathbf{R} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$$

R – текущий радиус-вектор точек одной из плоскостей с индексами (hkl)

Тогда уравнение любой такой плоскости можно записать в виде $\left(\mathbf{R}, \frac{\mathbf{H}}{|\mathbf{H}|}\right) = sd$

Здесь *d* межплоскостное расстояние для этой системы плоскостей, *s* – целое число (например, для плоскости проходящей через начало координат *s*=0)

$\frac{\mathbf{H}}{|\mathbf{H}|}$ - единичный вектор нормали к плоскости.

$$sd = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(\mathbf{R},\mathbf{H}) = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}, h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*) = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(mh + nk + pl)$$

Вспоминая, что (mh+nk+pl)=s это уравнение плоскости, получим $d = \frac{1}{|\mathbf{H}|}$ или $|\mathbf{H}| = \frac{1}{d_{hkl}}$

Геометрическая интерпретация условий Лауэ

$$\begin{cases} \Psi_1 = \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}\right] = \pi h, \\ \Psi_2 = \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{b}\right] = \pi k, \\ \Psi_3 = \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{c}\right] = \pi l \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}\right] = \pi h, \\ \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{b}\right] = \pi k, \\ \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{c}\right] = \pi l \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda),\mathbf{a}\right] = h, \\ \left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda),\mathbf{b}\right] = k, \\ \left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda),\mathbf{c}\right] = l \end{cases}$$

$\mathbf{a},\mathbf{b},\mathbf{c}$

$\mathbf{a}^*,\mathbf{b}^*,\mathbf{c}^*$

$$\mathbf{r} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$$

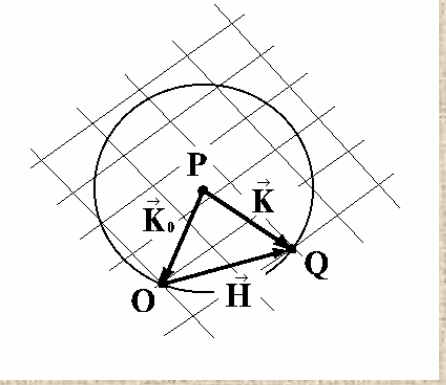
$$\mathbf{a}^*(\mathbf{r},\mathbf{a}) + \mathbf{b}^*(\mathbf{r},\mathbf{b}) + \mathbf{c}^*(\mathbf{r},\mathbf{c}) \equiv \mathbf{r}$$

$$\begin{cases} (\mathbf{a},\mathbf{r}) = h, \\ (\mathbf{b},\mathbf{r}) = k, \\ (\mathbf{c},\mathbf{r}) = l \end{cases}$$

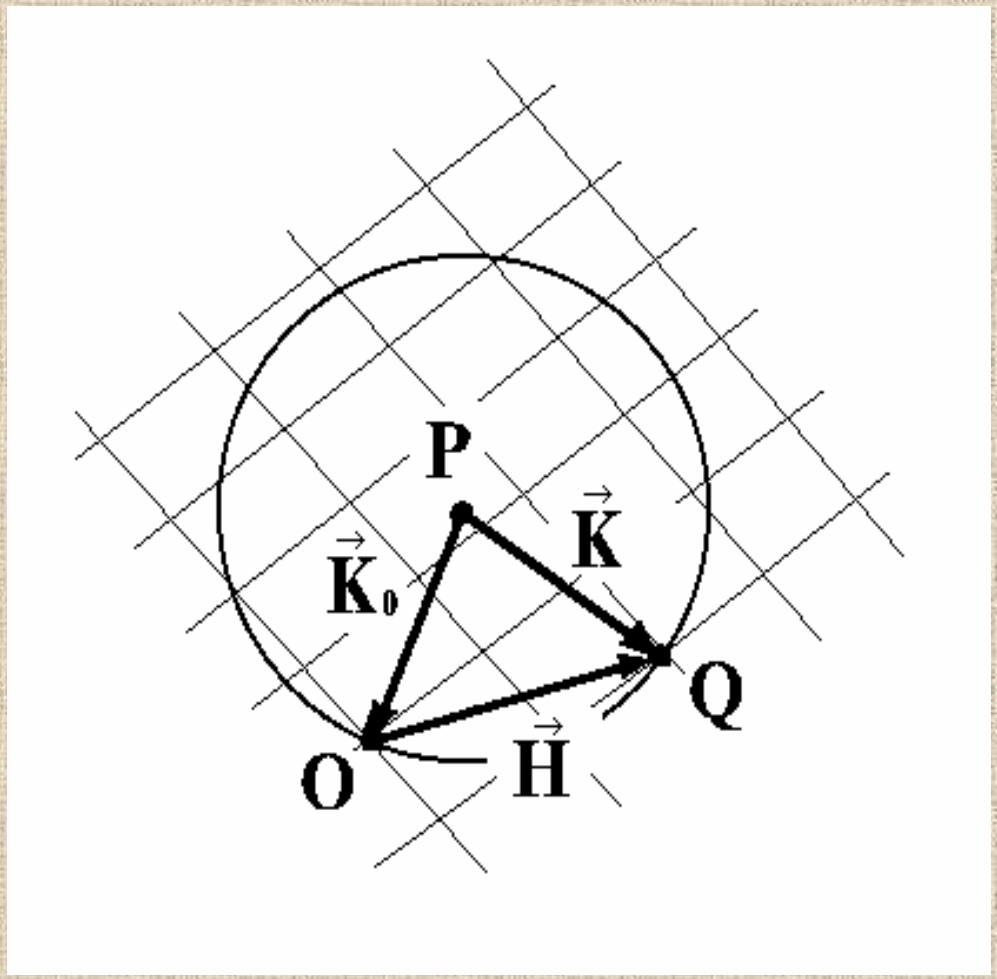
$$\mathbf{a}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda,\mathbf{a}) + \mathbf{b}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda,\mathbf{b}) + \mathbf{c}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda,\mathbf{c}) = \mathbf{a}^*h + \mathbf{b}^*k + \mathbf{c}^*l = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{s}-\mathbf{s}_0/\lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K}-\mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$



Геометрия дифракции по Эвальду. Сфера эвальда



Уравнение Лауэ

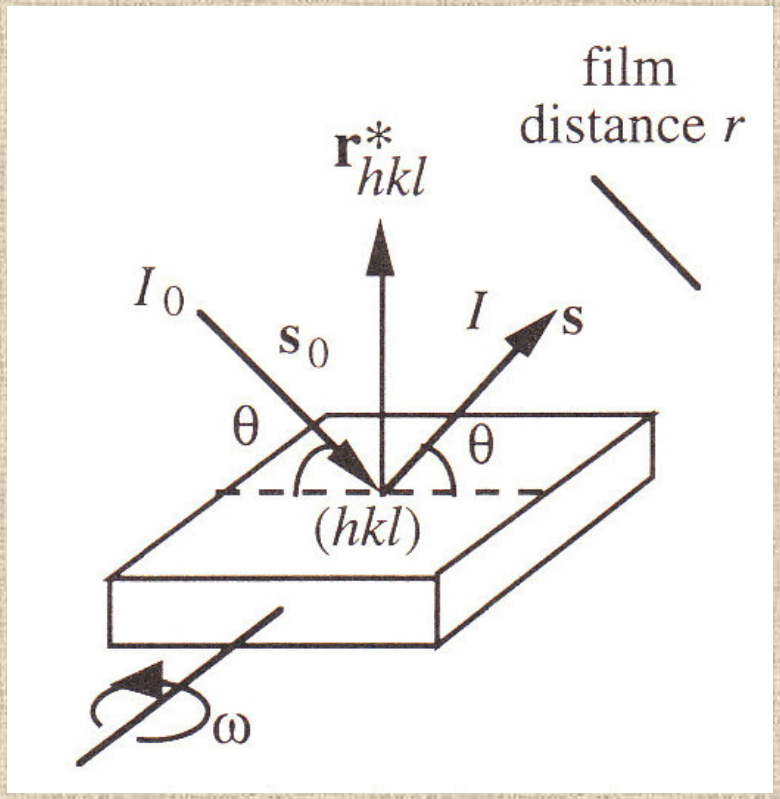
$$\mathbf{s} - \mathbf{s}_0 / \lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K} - \mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$

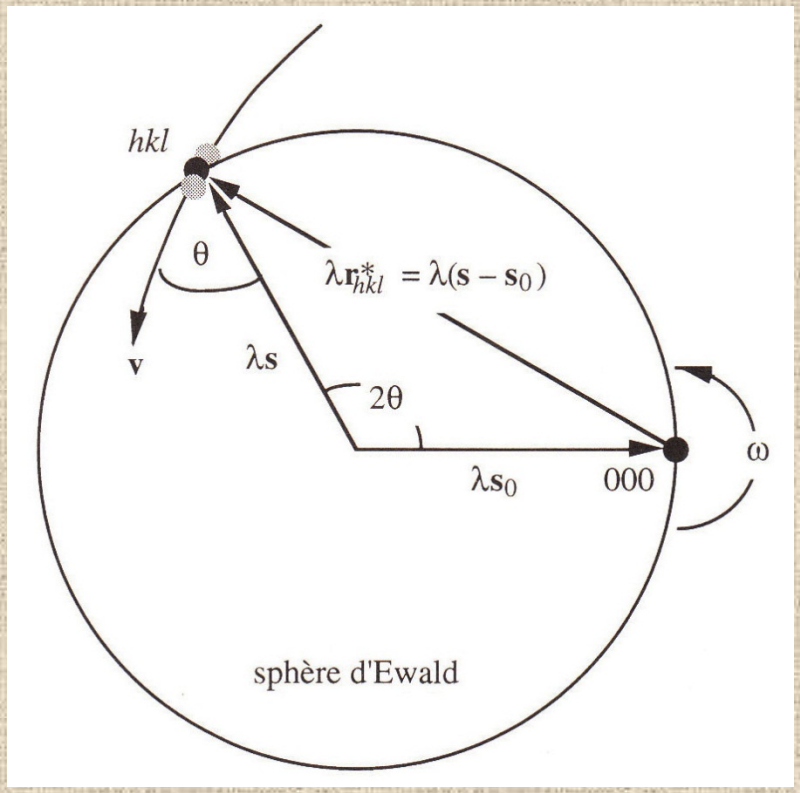
Уравнение Вульфа-Брегга

$$2d \sin\theta = \lambda$$

Геометрия дифракции в прямом и обратном пространстве



Поворот (покачивание) кристалла вблизи Брегговского угла вокруг оси ω **в прямом пространстве**



Поворот (покачивание) кристалла на угол ω вблизи Брегговского положения **в обратном пространстве** вокруг узла (000)

Фурье-образ функции

$f(x)$ - любая функция в пространстве {*x*}

$$\mathrm{F}\{f(x)\} = F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx$$

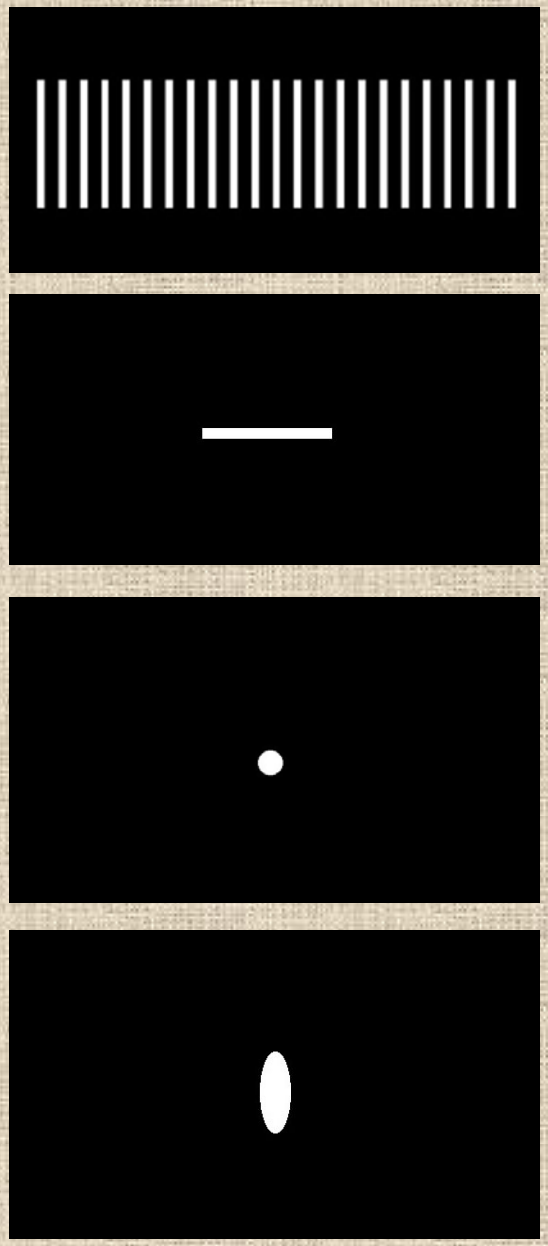
- Фурье-образ этой функции в пространстве {*u*}

$$f(x) = \mathrm{F}^{-1}\left[\mathrm{F}\{f(x)\}\right] = \int_{-\infty}^{+\infty} F(u) \cdot e^{-2\pi i u x} du$$

- обратное Фурье-преобразование функции *f(x)*

$f(x,y)$

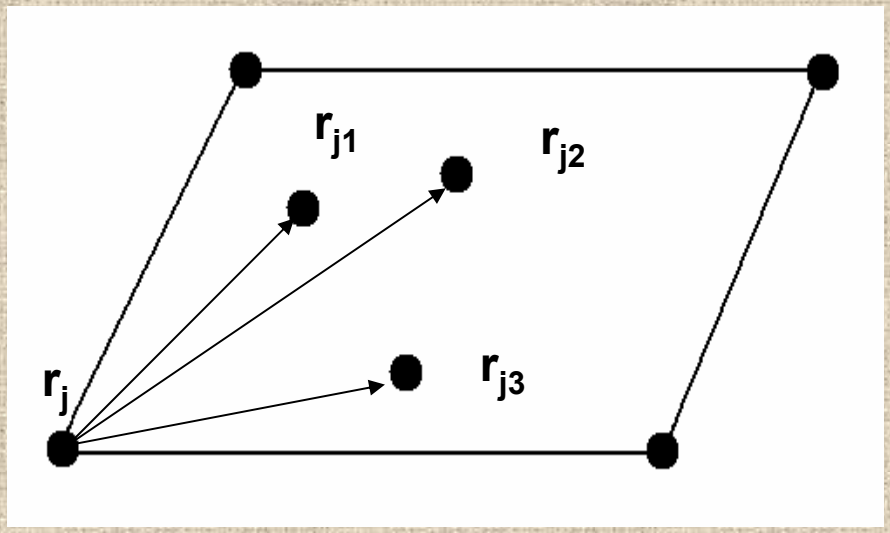
$\mathrm{F}\{f(x,y)\}$



Прямое пространство {X,Y}

Обратное пространство Фурье {U,V}

Рассеяние на сложной решетке с базисом



$$\mathbf{r_j} = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$

$$\mathbf{r_m} = \mathbf{a}u_m + \mathbf{b}v_m + \mathbf{c}w_m$$

$$\mathbf{r_{jm}} = \mathbf{r_j} + \mathbf{r_m}$$

m меняется от *1* до *M*; *u* ,*v* ,*w* - правильные дроби, определяющие координаты атомов базиса, причем при *j=1 rm=0*, что соответствует атомам примитивной решетки.

$$\mathbf{E} = \sum_{m,j} f_{mj} \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r_{mj}}\right)} = \sum_{j} f_j \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r_j}\right)} \cdot \sum_{m} f_m \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r_m}\right)} = \mathrm{L}\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}\left(\mathbf{H},\mathbf{r_m}\right)$$

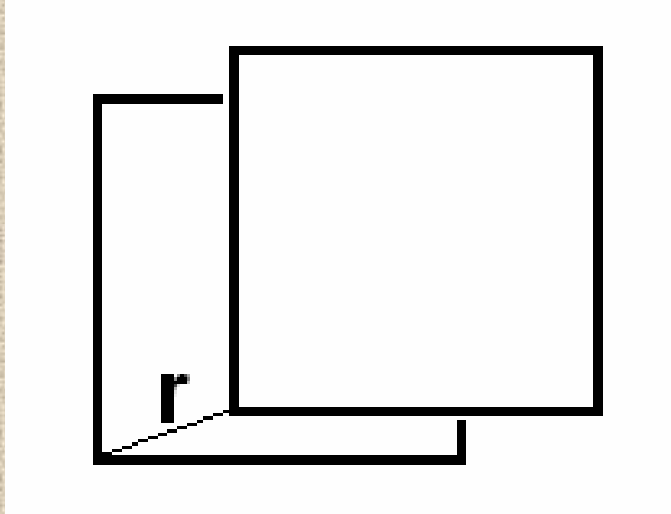
$$\mathrm{F}\left(hkl\right) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r}_m\right)} = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i\left(\mathbf{H},\mathbf{r}_m\right)} = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i\left(u_m h+v_m k+w_m l\right)}$$

$$I = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}^2\left(\mathbf{H},\mathbf{r_m}\right) = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}^2\left(h,k,l\right)$$

$\mathrm{F}\left(\mathbf{H},\mathbf{r}_m\right)$ - структурная амплитуда

$\mathrm{F}^2\left(hkl\right)$ - структурный множитель

Структурный фактор вставленных друг в друга сложных решеток



$$\mathrm{F}(hkl) = \mathrm{F}_1(hkl) + \mathrm{F}_1(hkl) \cdot \mathrm{e}^{2\pi \mathrm{i}(\mathbf{rH})}$$

Интенсивность дифракционных линий

$$I = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H}) \cdot \mathrm{F}^2(\mathbf{H}, \mathbf{r_m}) = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H}) \cdot \mathrm{F}^2(h,k,l)$$

$$\mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]}$$

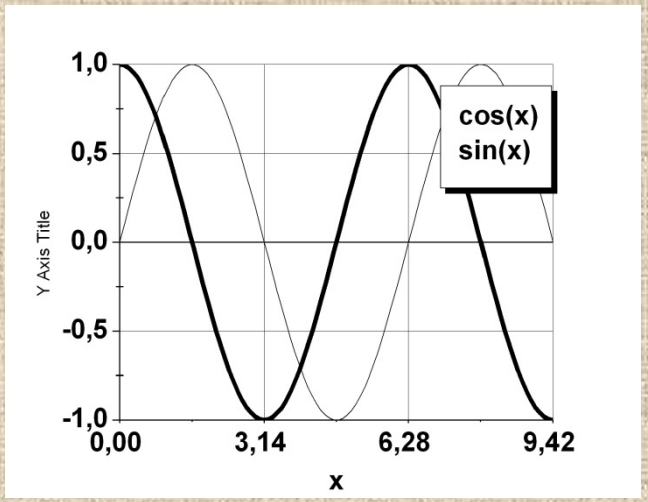
- Функция Лауэ

$$\mathrm{F}(hkl) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i(u_m h + v_m k + w_m l)}$$

- Структурная амплитуда

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

-функция распределения электронной Плотности в элементарной ячейке



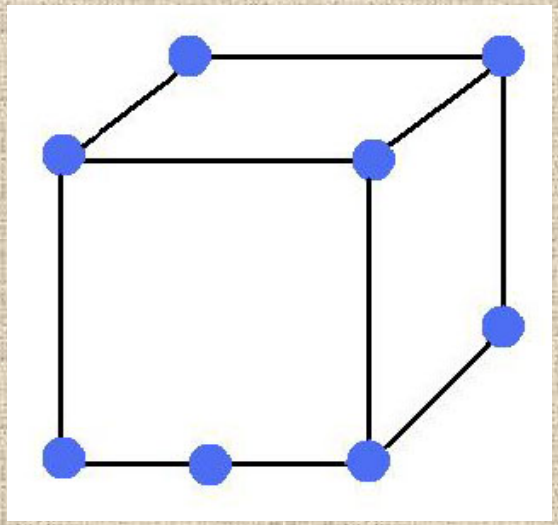
$$F(hkl) = \sum_j f_j \exp 2\pi i\left(u_j h + v_j k + w_j l\right) f_i =$$

$$\sum_j f_j \cdot \cos\left[2\pi\left(u_j h + v_j k + w_j l\right)\right] +$$

$$+i\sum_j f_j \cdot \sin\left[2\pi\left(u_j h + v_j k + w_j l\right)\right]$$

Примеры:

1. Решетка центрированная по одному ребру. Базис такой решетки - $\left(000, \frac{1}{2}00\right)$



$$F = f_1 + f_2 \exp\left(i\pi h\right) = f\left(1 + \exp i\pi h\right) = f\left(1 + \cos \pi h\right)$$

$f_1=f_2=f$

$$e^{ix} = \cos x + i \sin x$$

$$e^{-ix} = \cos x - i \sin x$$

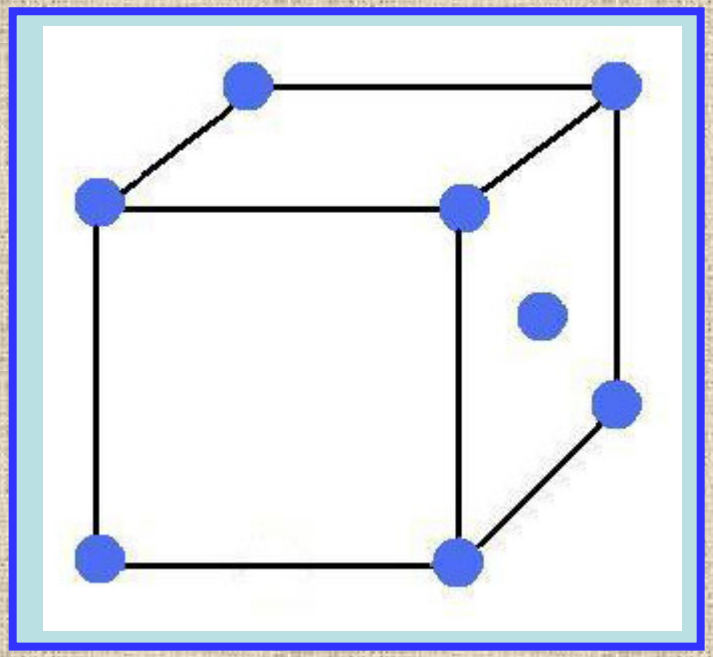
$\Longrightarrow$ Формулы Эйлера

$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h \cdot нечетно \\ 2f, \cdot если \cdot h \cdot четно \end{cases}$$

$$\cos \pi h = \begin{cases} -1 & h = 2n+1 \\ 1 & h = 2n \end{cases}$$

$$\sin \pi h = 0 \begin{cases} h = 2n \\ h = 2n+1 \end{cases}$$

2. Решетка центрированная по одной грани. Базис $\longrightarrow \left(000, \frac{1}{2}\frac{1}{2}0\right)$



$$F = F = f_1 + f_2 \exp\left(2i\pi \frac{h+k}{2}\right) =$$

$$= f\left[1 + \exp i\pi\left(h+k\right)\right] = f\left[1 + \cos\pi\left(h+k\right)\right]$$

$f_1 = f_2 = f$

$$\cos\pi h = \begin{cases} -1 & h = 2n+1 \\ 1 & h = 2n \end{cases}$$

$$\sin\pi h = 0 \begin{cases} h = 2n \\ h = 2n+1 \end{cases}$$

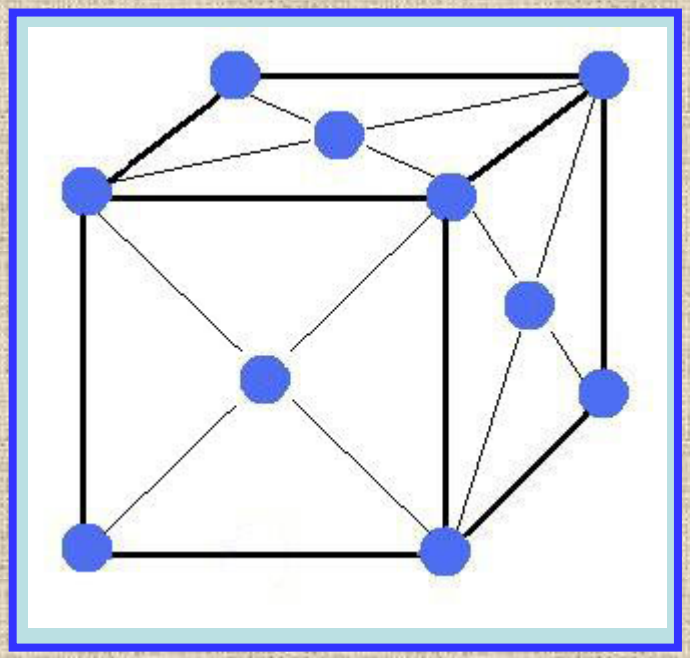
$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k = 2m+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k = 2m \end{cases}$$

$$\cos\pi\left(h+k\right) = \begin{cases} -1 & h+k = 2n+1 \\ 1 & h+k = 2n \end{cases}$$

3. Гранецентрированная решетка. Базис

$$\longrightarrow \left(000, \frac{1}{2}\frac{1}{2}0, \frac{1}{2}0\frac{1}{2}, 0\frac{1}{2}\frac{1}{2}\right)$$

$f_1=f_2=f$



$$F = f\left[\cos 2\pi(0) + \cos 2\pi\frac{(h+k)}{2} + \cos 2\pi\frac{(k+l)}{2} + \cos 2\pi\frac{(l+h)}{2}\right] +$$
$$+if\left[\sin 2\pi(0) + \sin 2\pi\frac{(h+k)}{2} + \sin 2\pi\frac{(k+l)}{2} + \sin 2\pi\frac{(l+h)}{2}\right]$$

$$F = \begin{cases} 4f, \cdot если \cdot h,k,l \cdot - \cdot 2n+1 \cdot или \cdot 2n \\ 0, \cdot если \cdot hkl \cdot смешанной \cdot четности \end{cases}$$

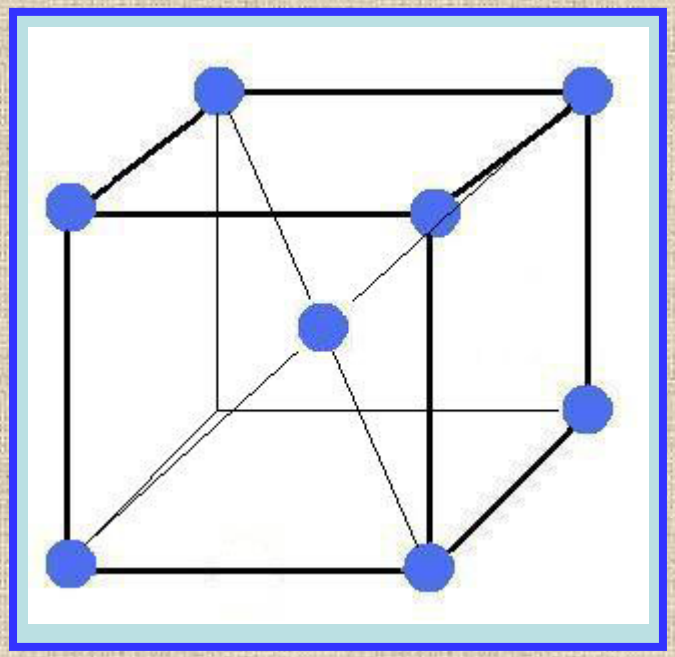
$$\sin\pi(h+k) = 0, \begin{cases} h+k = 2n \\ h+k = 2n+1 \end{cases}$$

$$\cos\pi(h+k) = \begin{cases} 1 & h+k = 2n \\ -1, & h+k = 2n+1 \end{cases}$$

4. Объемоцентрированная решетка.

Базис $\longrightarrow \left(000, \frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\right)$

$$F = f\left[1+\exp \pi i\left(h+k+l\right)\right] = f\left[1+\cos \pi \left(h+k+l\right)\right]$$



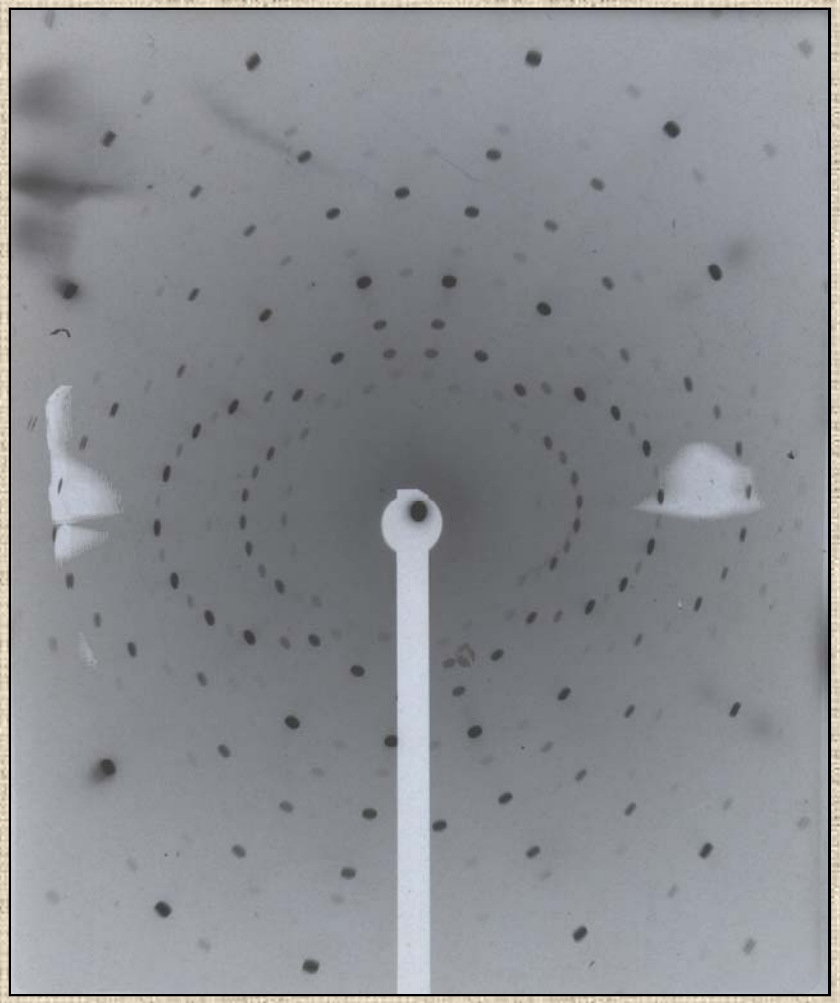
$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k+l = 2n+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k+l = 2n \end{cases}$$

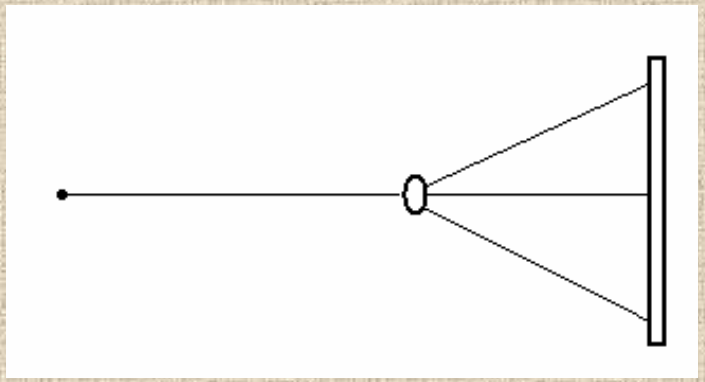
$$\cos \pi \left(h+k+l\right) = \begin{cases} -1 & h+k+l = 2n+1 \\ 1 & h+k+l = 2n \end{cases}$$

$$\cos \pi h = \begin{cases} -1 & h = 2n+1 \\ 1 & h = 2n \end{cases}$$

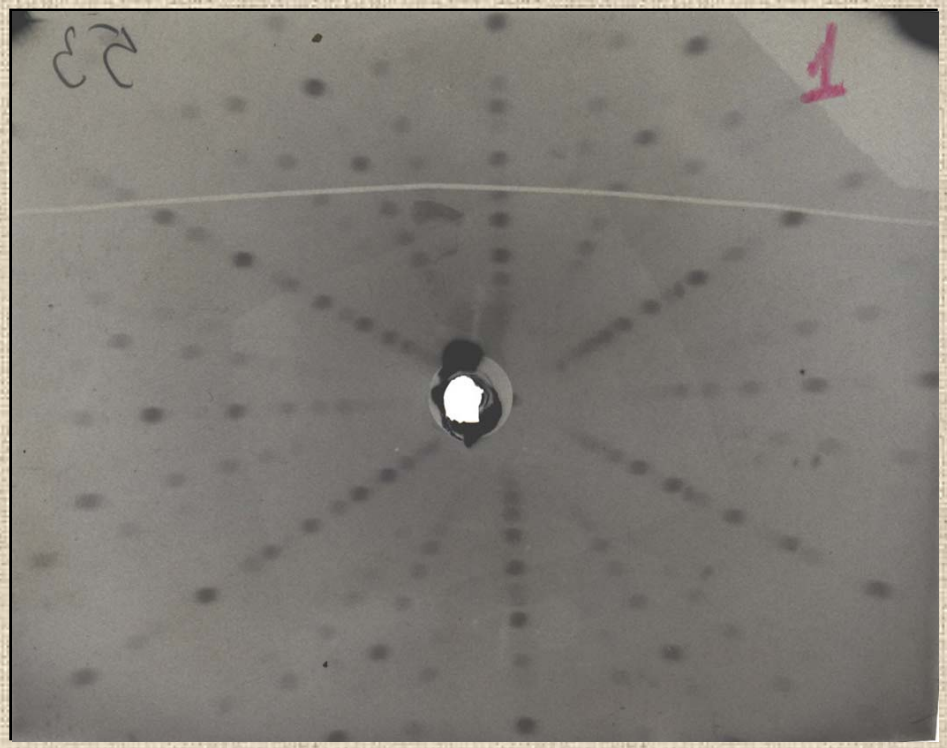
$$\sin \pi h = 0 \begin{cases} h = 2n \\ h = 2n+1 \end{cases}$$

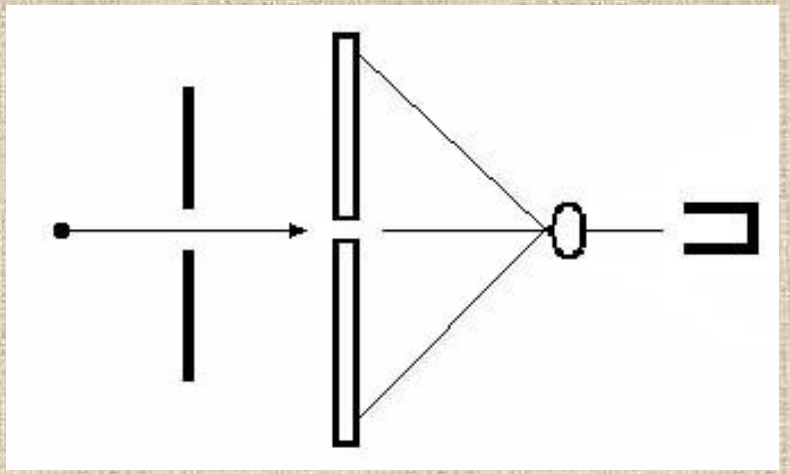
Пример Лауэграммы снятой на просвет



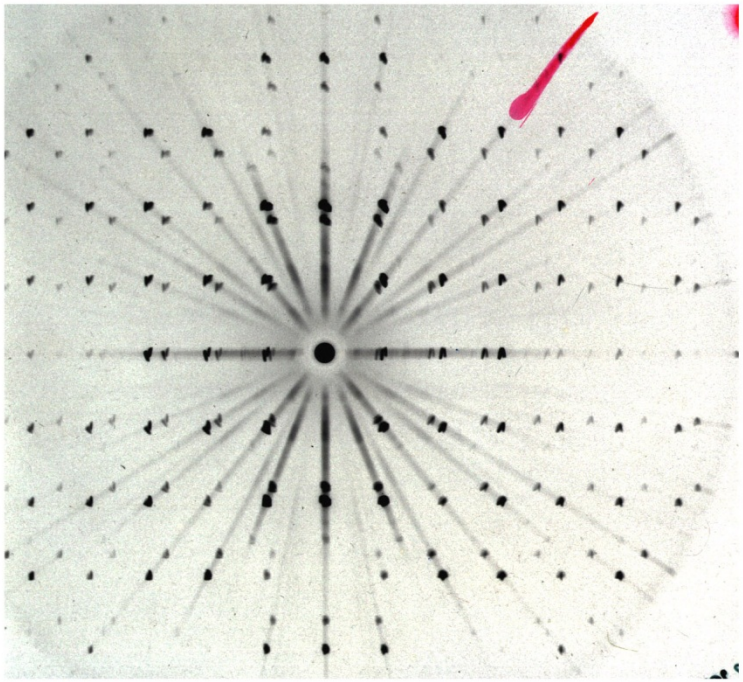


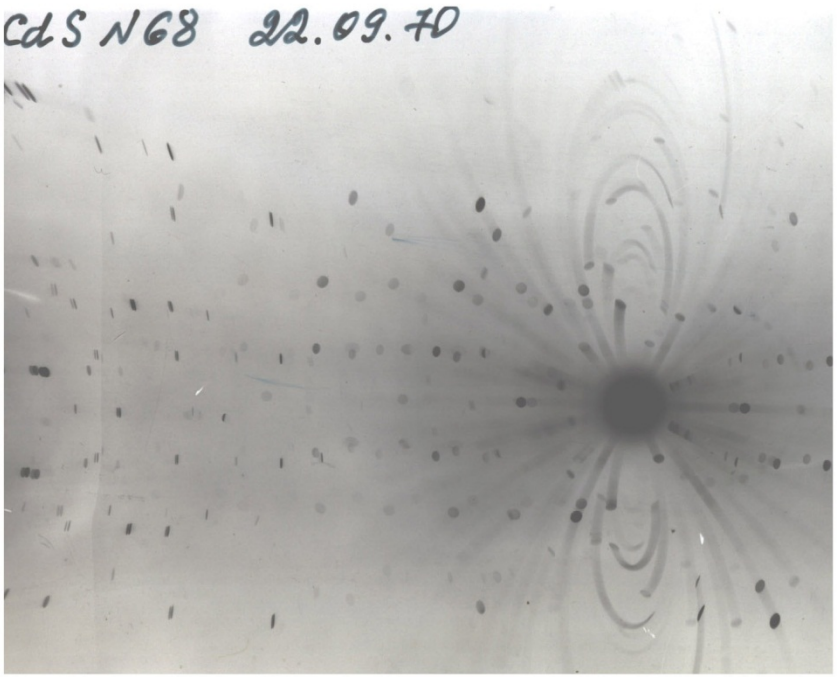
Пример Лауэграммы снятой на отражение (эпиграмма)





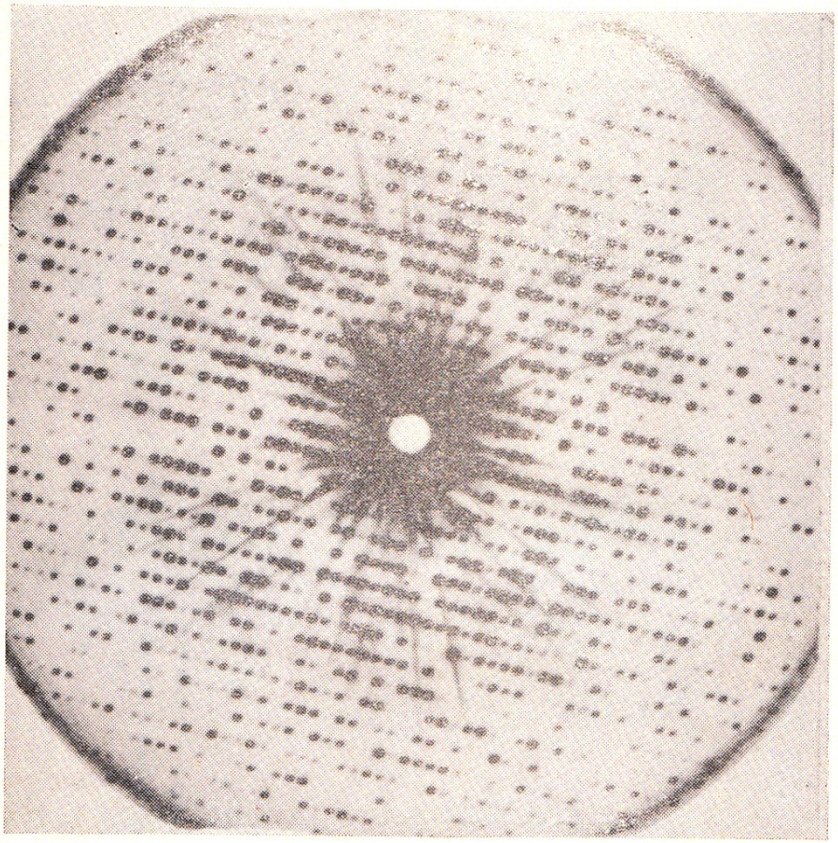
Рентгенограмма снятая по методу КФОР – а и рентгенограмма вращения (Вайсенбергограмма) - б





а

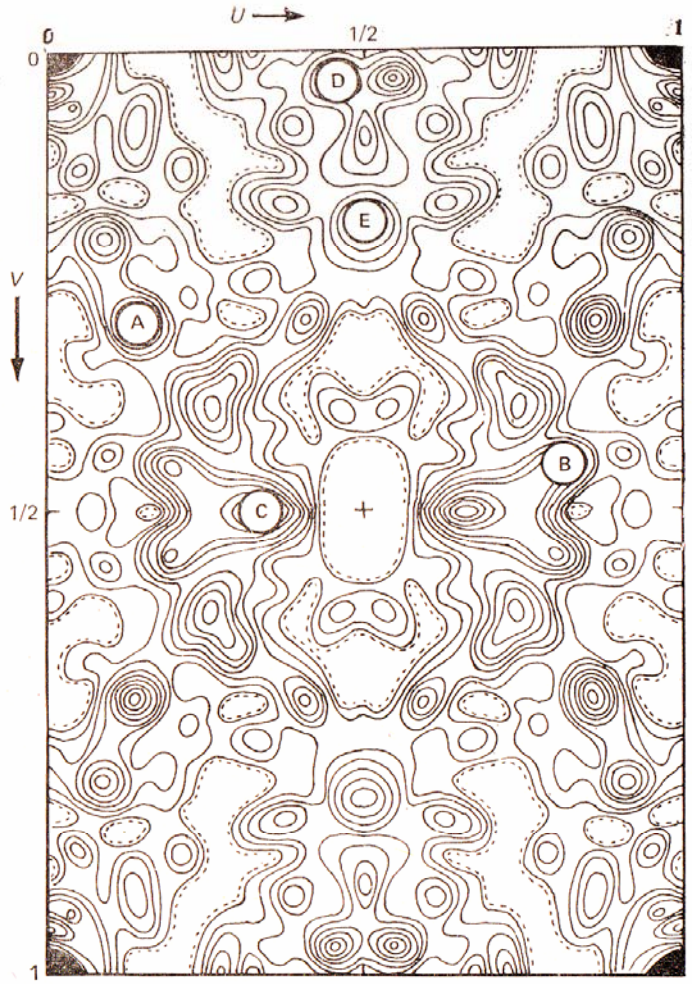
б



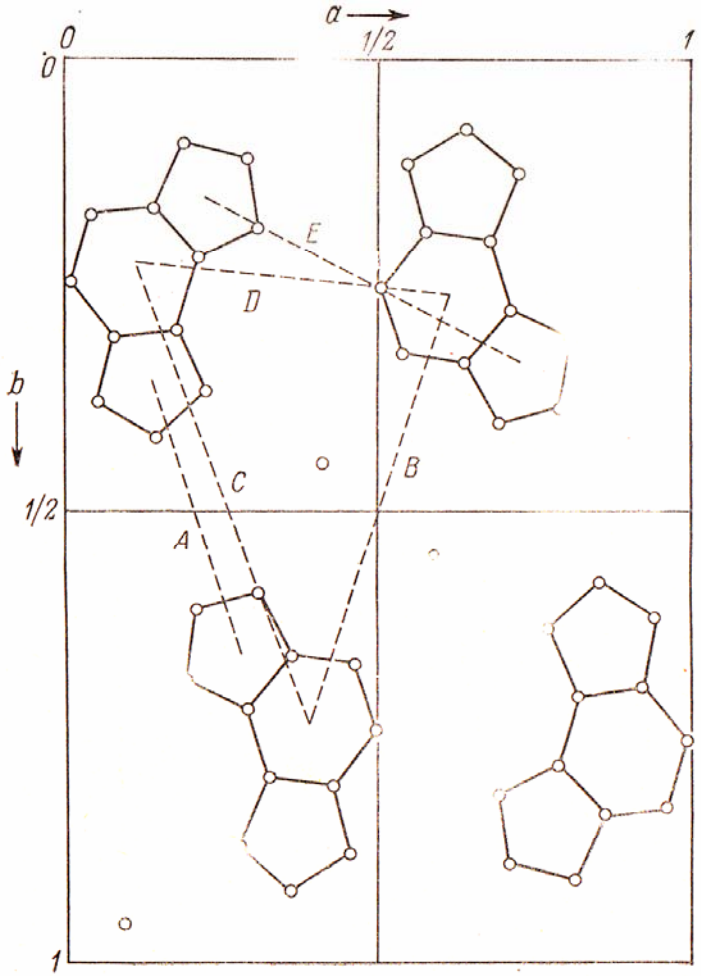
Рентенограмма кристалла миоглобина, полученная методом прецессии (КФОР). Представлен один из слоев неискаженной обратной решетки. Радиальные полосы возникают за счет того, что рентгеновские лучи не строго монохроматичны (имеется фон белого излучения).
В результате дифракционные пятна несколько размыты в радиальном направлении.

$$I(hkl) \Rightarrow F^2(hkl) \Rightarrow$$
$$\Rightarrow F(hkl) + фазы$$

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

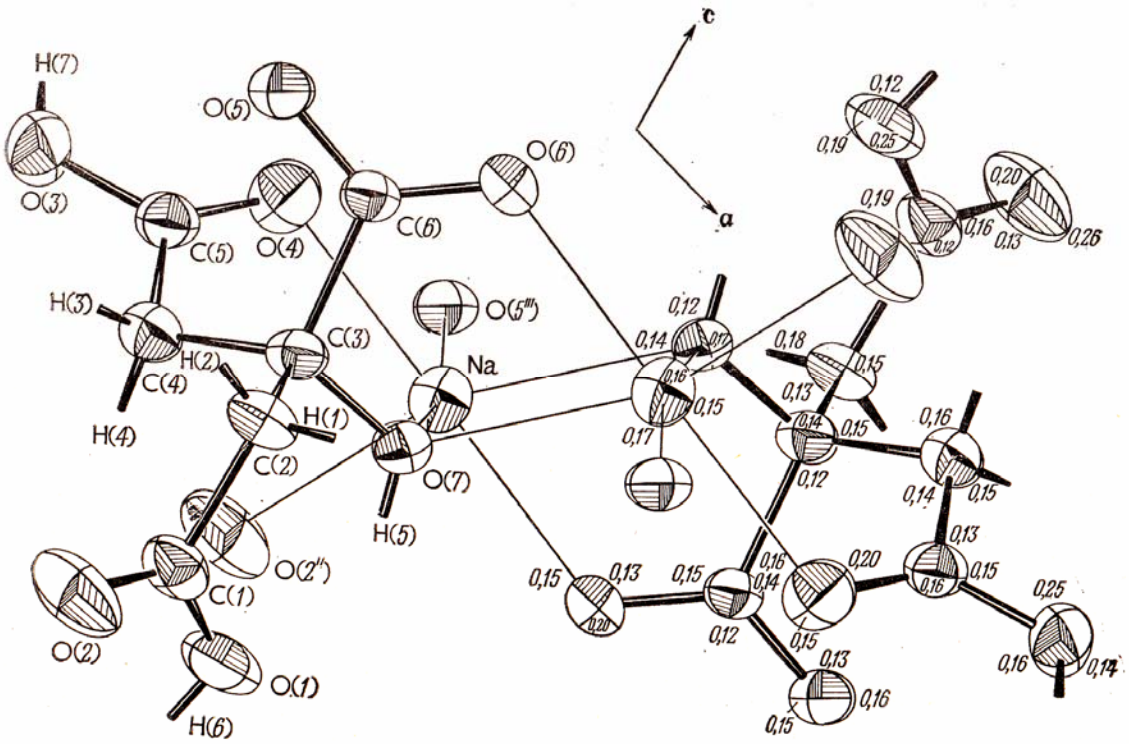


a

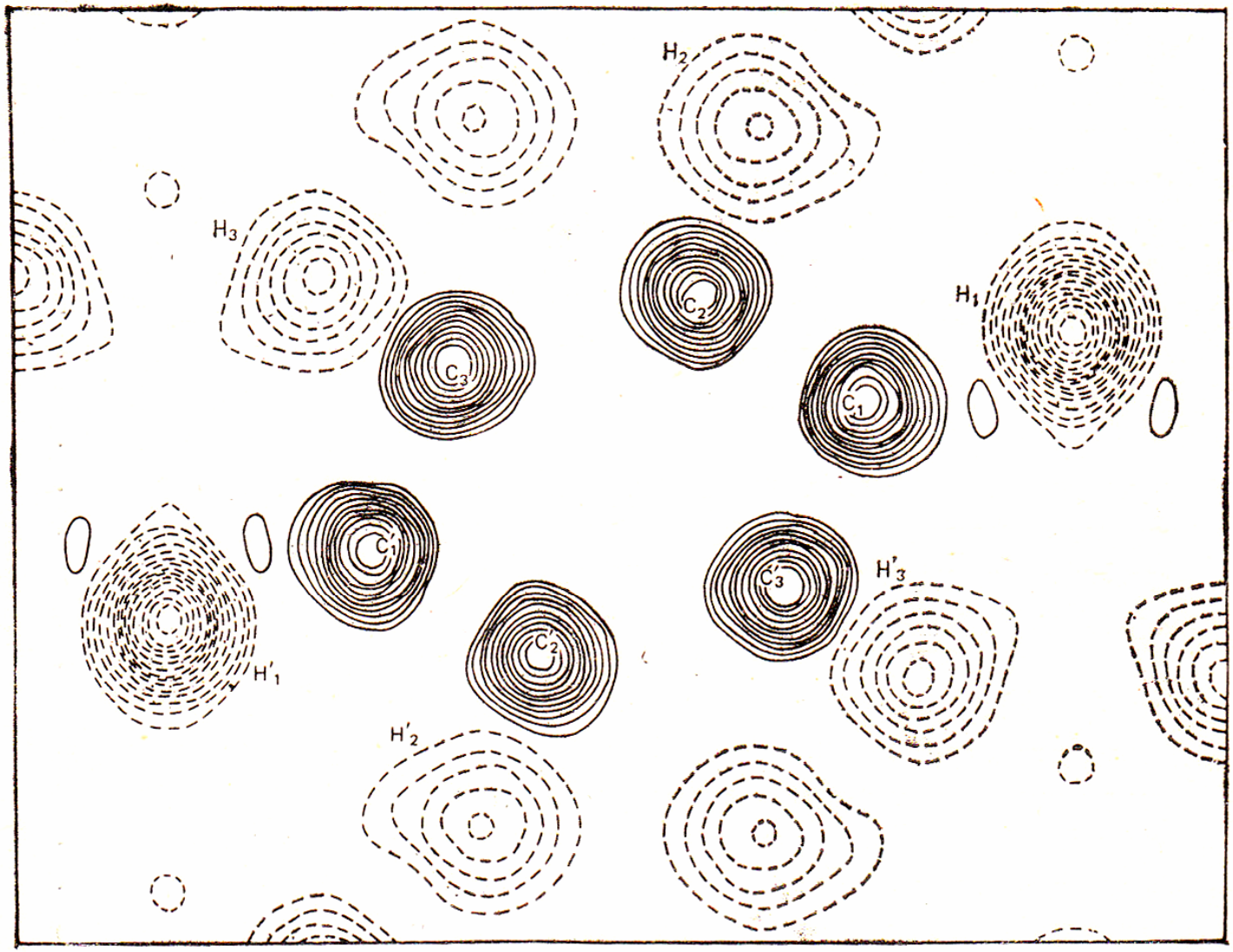


b

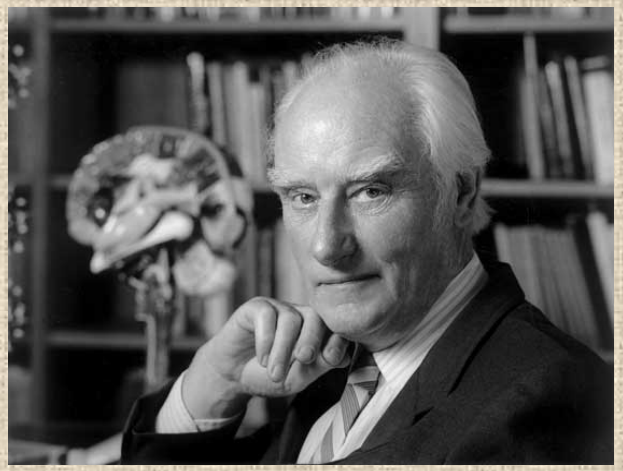
(a) - Двумерная паттерсоновская карта P(UV) азидопурина и ее интерпретация – (b)



Колебательные движения атомов внутри молекулы дигидроцитрата натрия. Анизотропные движения атомов описывается тепловыми эллипсоидами. На рисунке показаны два иона дигидроцитрата и два иона натрия, сгруппированные около центра симметрии, а также два атома кислорода (O(5) и O(2). Жирными линиями обозначены ковалентные связи, светлые - означают координационные связи атомов кислорода с ионами натрия.
Три числа около эллипсоидов это среднеквадратичные смещения атома (Å) вдоль трех осей эллипсоида.



Распределение электронной плотности в элементарной ячейке кристалла бензола спроецированное на плоскость (001). Синтез электронной плотности сделан на дифракции нейтронов. Положительная плотность (атомы углерода С) обозначена сплошными линиями, отрицательная плотность (положиения атомов водорода Н) – пунктиром. Плоскость бензольного кольца не перпендикулярна направлению проекции.



$$I(hkl) \Rightarrow F^2(hkl) \Rightarrow F(hkl) + фазы$$

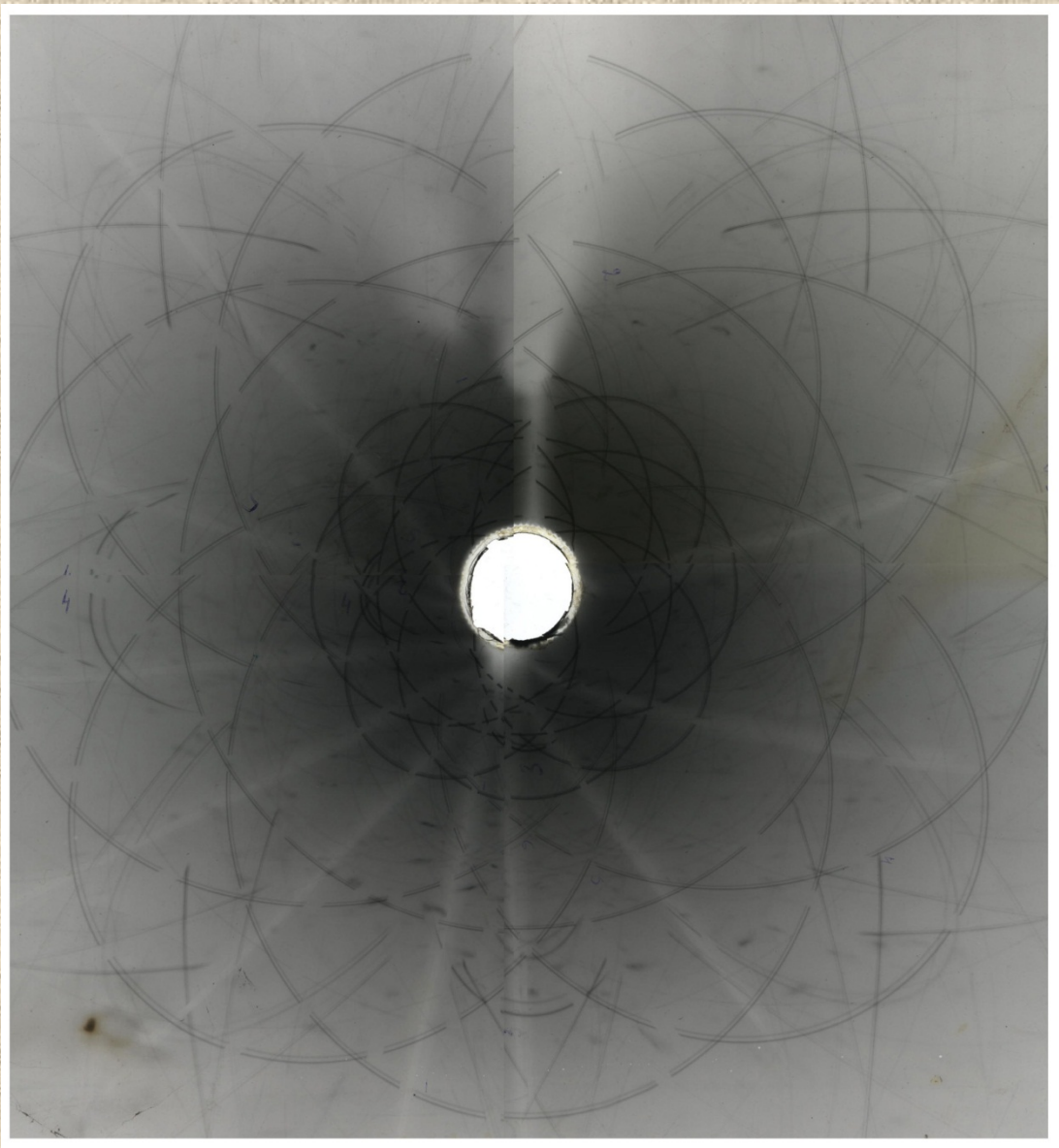
$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

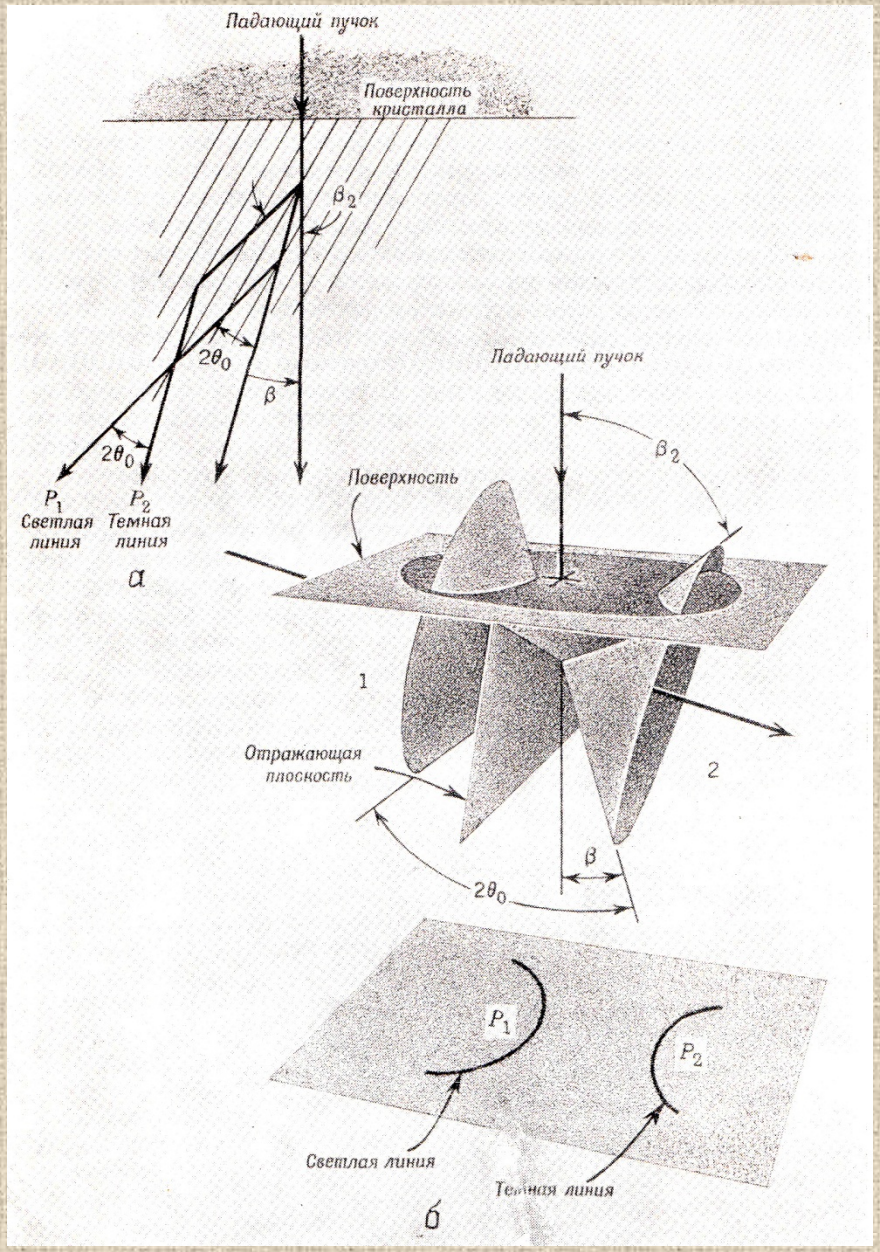
В 1962 Френсис Крик с Дж. Уотсоном и М. Уилкинсом получили Нобелевскую премию по физиологии и медицине «за открытие ими молекулярной структуры нуклеиновых кислот и ее значения в передаче информации в живой материи».

Открытие структуры нуклеиновых кислот сразу же подтолкнуло химиков-синтетиков к попытке создать их «в пробирке». Уже в 1955 это удалось С.Очоа в отношении РНК и в 1957-м – А.Корнбергу в отношении ДНК. Нобелевскую премию они получили даже раньше (1959), чем Крик, Уотсон и Уилкинс.
Работы Уотсона, Крика и Уилкинса стали первым толчком к созданию новой области науки – генной инженерии, которая разрабатывала способы направленного воздействия на генетический код, восстановления его поврежденных участков или создания новых сочетаний для синтеза белков заданной структуры. Достижения этой науки используются и для синтеза необходимых гормонов (например, инсулина), ферментов и пищевых белков.

Расшифровка структуры ДНК стала одним из самых крупных открытий в истории науки. Теперь, в начале 21 в., развитие биологии видится отчетливо делящимся на два периода – до и после двойной спирали. Она стала водоразделом, после которого молекулярный подход быстро проник во все области биологии. Это открытие позволило лучше понять такие проблемы, как взаимодействие наследственности и внешней среды, мутации и их последствия для синтеза белка, и, главное, приблизило человечество к пониманию самого происхождения жизни.

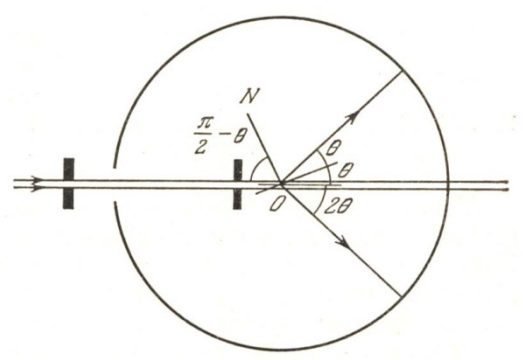
Рентгенограмма снятая по методу КОССЕЛЯ



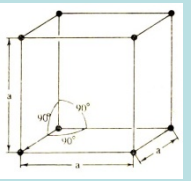


а) - Схема образования линий Косселя (Кикуччи) на системе отражающих плоскостей. Р1-светлая линия, Р2-темная линия.
б) – дифракционная схема образования линий Косселя

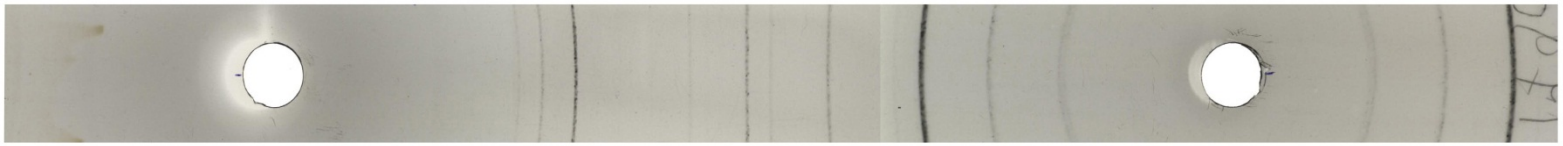
Примеры рентгенограмм (Дебаеграмм) поликристаллических образцов разных элементарных ячеек

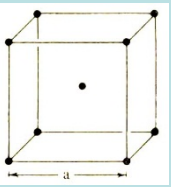


Примитивная кубическая решетка - ReO3

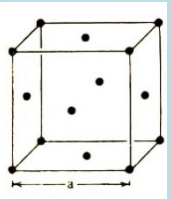


Объемоцентрированная кубическая решетка – порошек W

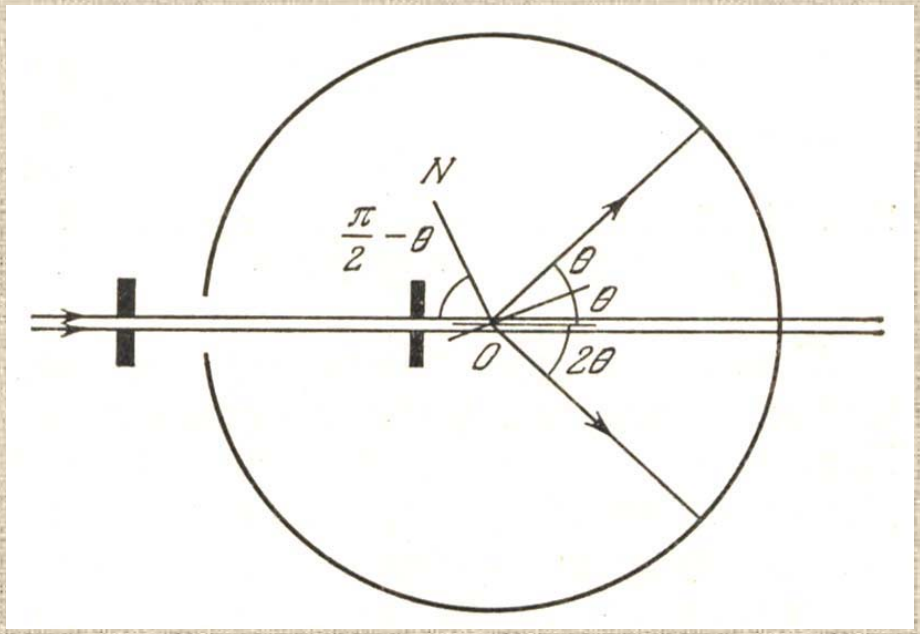




Гранецентрированная кубическая решетка - Ni



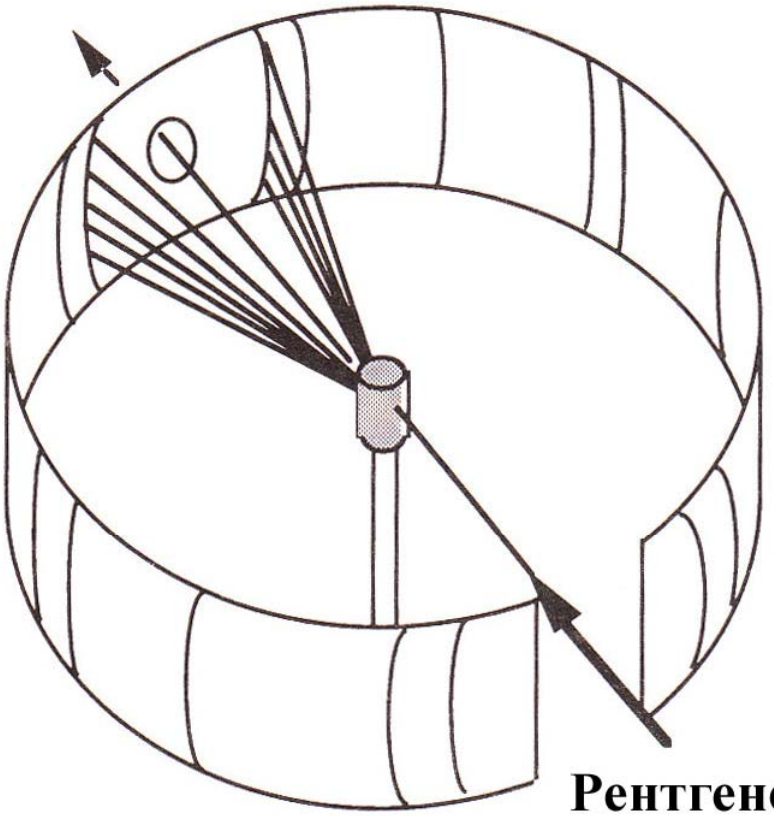
Геометрическая схема получения порошковых рентгенограмм (рентгенограмм Дебая-Шерера)



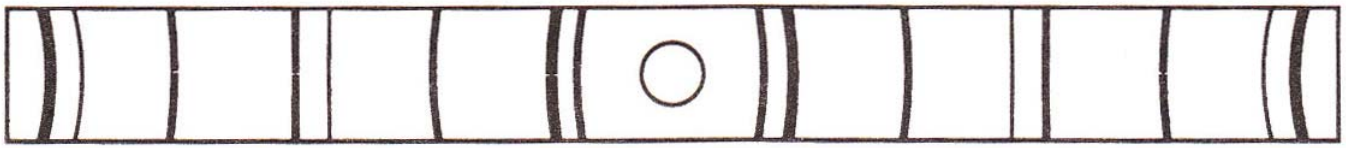
$$2d\sin\theta = \lambda$$

$$\sin\theta = \frac{\lambda}{2}\cdot\frac{1}{d}$$

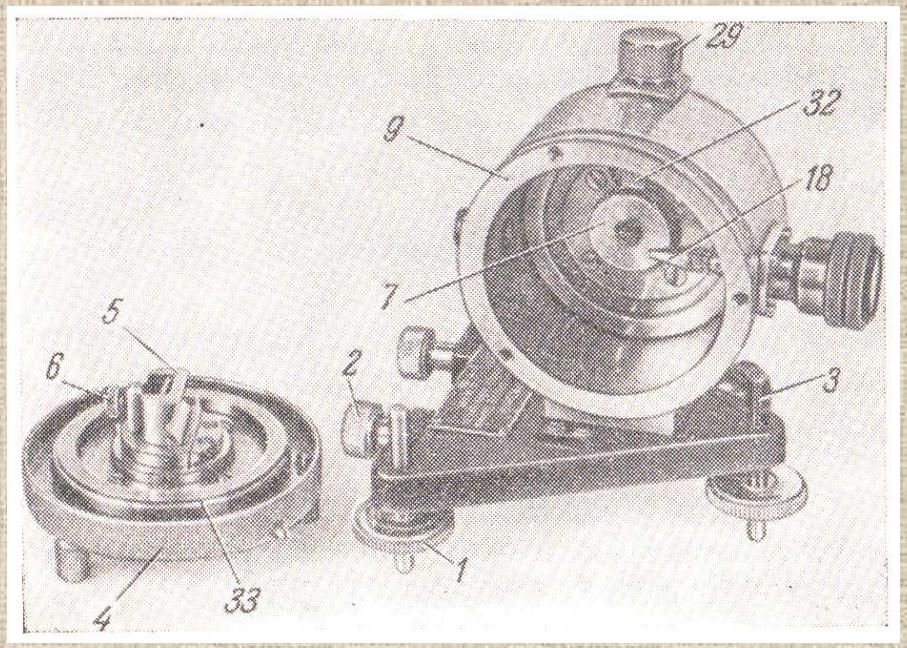
$$\sin\theta = \frac{\lambda}{2}\cdot\frac{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{a}$$

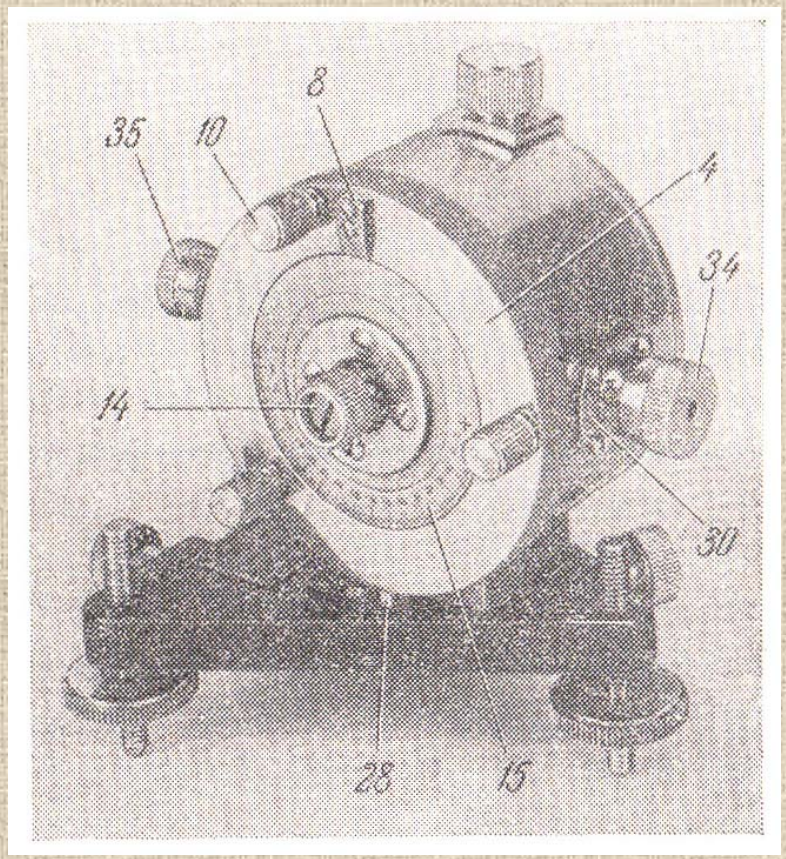


Рентгеновский пучок



Внешний вид рентгеновской камеры РКД для получения порошковых рентгенограмм - дебаеграмм

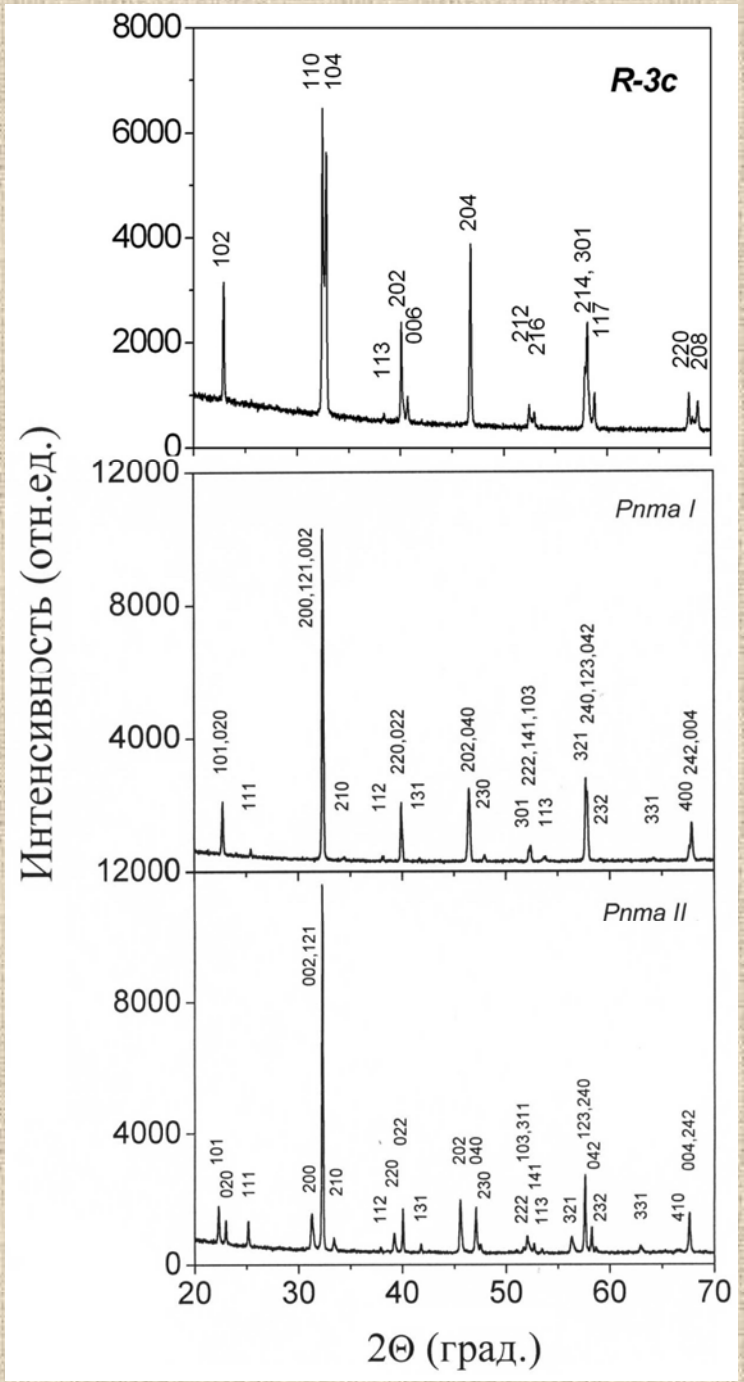




Дифрактометр D8 ADVANCE

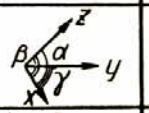
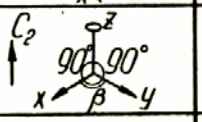
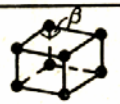
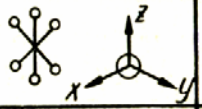
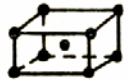
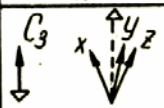
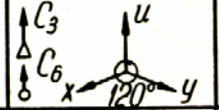
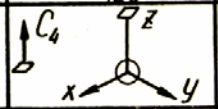
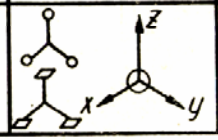
Рентгеновский дифрактометр D8 ADVANCE – основной аппарат для решения задач дифрактометрии.
простота работы благодаря полной функциональной прозрачности удобство управления встроенным программным и аппаратным обеспечением эргономичный и модульный дизайн высокая надежность в ежедневной работе широкий спектр возможных применений D8 ADVANCE

hp LaserJet 1200
КОМПАН
НЕ ВКЛЮЧАТЬ
РАБОТАЮТ ЛЮДИ



Рентгеновские дифрактограммы фаз *R-3c*, *Pnma I и Pnma II* соединения $LaMnO_3$ (Cu *K*α излучение).

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ (СИНГОНИИ) И РЕШЕТКИ БРАВЭ

N	Кристаллическая система (сингония)	Главная ось симметрии	Обозначение	Расположение осей симметрии и направление осей координат	Элементарная ячейка, ее ребра и углы	Решетки Бравэ			
						Простые (примитивные) [[000]] z=1	Сложные		
							базо-центр. [[000; 1/2 1/2 0]] z=2	объемно-центр. [[000; 1/2 1/2 1/2]] z=2	гране-центр. [[000; 1/2 1/2 0; 1/2 0 1/2; 0 1/2 1/2]] z=4
1	Триклинная	C_1	tr		Косоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha \neq \beta \neq \gamma$	Γ_{tr}	—	—	—
2	Моноклинная	C_2	m		Прямая призма, в ее основании параллелограмм $a \neq b \neq c$, $\alpha = \gamma = 90° \neq \beta$	 Γ_m	—	Γ_m'	
3	Ромбическая	$3C_2$ *	o		Прямоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_o	Γ_o'	 Γ_o''	Γ_o'
4	Ромбоэдрическая	C_3	rh		Ромбоэдр $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	Γ_{rh}	—	—	—
5	Гексагональная	C_3 ** или C_6	h		Прямая призма, в ее основании правильный ромб $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = 90° = \gamma = 120°$	Γ_h	—	—	—
6	Тетрагональная	C_4	t		Квадратная призма $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_t	—	Γ_t'	
7	Кубическая	$3C_2$ *** или $3C_4$	c		Куб $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_c	—	Γ_c'	Γ_c''

*) Оси симметрии неэквивалентны

**) В отличие от ромбоэдрических кристаллов здесь основные трансляции перпендикулярны к главной оси

***) Оси симметрии эквивалентны

Квадратичная форма

$$\frac{1}{d^2} = h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2hk\left(\mathbf{a}^*\mathbf{b}^*\right) + 2hl\left(\mathbf{a}^*\mathbf{c}^*\right) + 2hk\left(\mathbf{b}^*\mathbf{c}^*\right)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \cdot \textit{кубическая}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \cdot \textit{тетрагональная}$$

$$\frac{1}{d^2} = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \cdot \textit{ромбическая}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3}\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \cdot \textit{гексагональная}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2\beta} \cdot \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl\cos\beta}{ac}\right) + \frac{k^2}{b^2} \cdot \textit{моноклинная}$$

Законы погасания для примитивной, гранецентрированной и объемоцентрированной кубических решеток

$N = h^2 + k^2 + l^2$

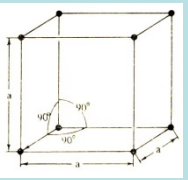
	P	F	I
1	1	-	-
2	2	-	2
3	3	3	-
4	4	4	4
5	5	-	-
6	6	-	6
7	-	-	-
8	8	8	8
9	9	-	-
10	10	-	10
11	11	11	-
12	12	12	12
13	13	-	-
14	14	-	14
15	-	-	-
16	16	16	16
17	17	-	-
18	18	-	18
19	19	19	-
20	20	20	20
21	21	-	-
22	22	-	22
23	-	-	-
24	24	24	24
25	25	-	-
26	26	-	26
27	27	27	-
28	-	-	-
29	29	-	-
30	30	-	30
31	-		-
32	32	32	32

$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k+l = 2n+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k+l = 2n \end{cases}$$ I

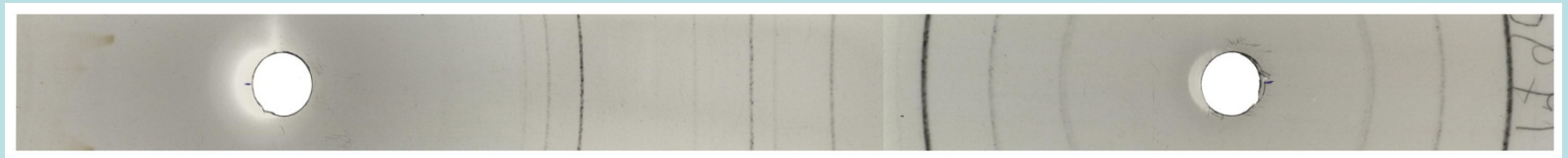
$$F = \begin{cases} 4f, \cdot если \cdot hkl \cdot - \cdot 2n+1 \cdot или \cdot 2n \\ 0, \cdot если \cdot hkl \cdot смешанной \cdot четности \end{cases}$$ F

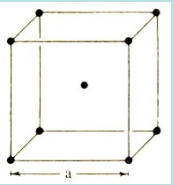
Рентгенограммы полученные с порошковых образцов (рентгенограммы Дебая-Шерера)

Примитивная кубическая решетка - ReO3

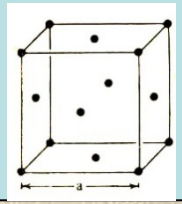


Объемоцентрированная кубическая решетка – порошек W





Гранецентрированная кубическая решетка - Ni



$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k+l = 2n+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k+l = 2n \end{cases}$$

Правила погасаний рефлексов для объемоцентрированной кубической решетки

$$F = \begin{cases} 4f, \cdot если \cdot hkl \cdot - \cdot 2n+1 \cdot или \cdot 2n \\ 0, \cdot если \cdot hkl \cdot смешанной \cdot четности \end{cases}$$

Правила погасаний рефлексов для гранецентрированной кубической решетки

Интенсивность дифракционных линий

$$I(h,k,l)=\left(\frac{E_0}{R}\right)^2\cdot\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}\cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H})\cdot \mathrm{F}^2(\mathbf{H},\mathbf{r_m})=$$

$$=\left(\frac{E_0}{R}\right)^2\cdot\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}\cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H})\cdot \mathrm{F}^2(h,k,l,r_m)$$

$$\mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s_0})=\mathrm{L}(\mathbf{H})=\prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N}e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]}=\prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N}e^{i(\mathbf{H},\mathbf{a})}$$

- Функция Лауэ

$$\mathrm{F}(hkl)=\sum_{m=1}^{M}f_m\cdot e^{2\pi i(u_m h+v_m k+w_m l)}$$

- Структурная амплитуда

$$\rho(\mathbf{r})=\sum_{\mathbf{H}}F(\mathbf{H})\cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

-функция распределения электронной Плотности в элементарной ячейке

Жан Батист Жозеф Фурье (*Jean Baptiste Joseph Fourier*; 21 марта 1768, Осер, Франция — 16 мая 1830, Париж), французский математик и физик.

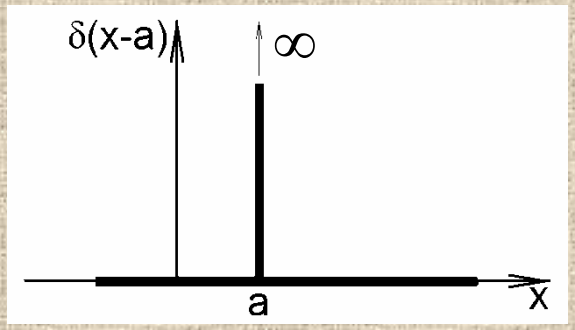
Его имя внесено в список величайших учёных Франции, помещённый на первом этаже Эйфелевой башни.

Родился в Осере в 1768 г.в семье портного. В 9 лет потерял обоих родителей. Сироту устроили в Военную школу при бенедиктинском монастыре.
В 1789 году приехал в Париж, чтобы представить работу о численном решении уравнений любой степени, но она затерялась во время революции.
Революция пришла раньше, чем он смог решить, кем ему стать — монахом, военным или математиком. Фурье вернулся в Осер и стал преподавать в школе, где прежде учился.
Он активно содействовал новой власти, и Фурье пригласили в Нормальную школу, организованную Конвентом для подготовки преподавателей (1794). Вскоре школу закрыли, но он успел обратить на себя внимание видных учёных (Лагранжа, Лапласа и Монжа [1]).
В 1795—1798 годах преподавал в Политехнической школе. По отзывам слушателей, лекции Фурье были блестящими.
1796: в своих лекциях Фурье излагает теорему о числе вещественных корней в заданном интервале (опубликована в 1820 году). Позднее его результаты обобщили швейцарец Ж. Ш. Штурм (работавший в Париже) и Коши.
1798: Наполеон берёт Фурье, Монжа и Бертолле в свой Египетский поход, в составе Легиона культуры.
1801: Фурье возвращается во Францию и назначается префектом департамента Изер. Занимается осушением болот. Пишет «Математическую теорию тепла».
1808: Фурье получает от Наполеона титул барона и награждается орденом Почётного легиона.
1812: Фурье получает Большую премию Академии за аналитическую теорию теплопроводности, несмотря на нестрогие доказательства. Впрочем, полная строгость была достигнута только в эпоху Гильберта.
Свои методы (ряды и интегралы Фурье) он использовал в теории распространения тепла. Но вскоре они стали исключительно мощным инструментом математического исследования самых разных задач — особенно там, где есть волны и колебания. А этот круг чрезвычайно широк — астрономия, акустика, теория приливов, радиотехника и др.
1815: В период Ста дней Фурье переходит на сторону императора. После Реставрации отстранён от должности префекта и бедствует. Возвращается в Париж, где некоторое время работал директором Статистического бюро.
1817: Академия, вопреки давлению Бурбонов, избирает Фурье своим членом (первая попытка в 1816 году не удалась, король Людовик XVIII отменил избрание). Фурье становится одним из самых влиятельных академиков, и в 1822 году его избирают пожизненным секретарём.
1822: наконец выходит в свет завершающий классический трактат «Математическая теория тепла» (Théorie analytique de la chaleur). «Великой математической поэмой» назвал этот труд лорд Кельвин.
Умер Фурье 16 мая 1830 года в Париже.
Научные достижения
Доказал теорему о числе действительных корней алгебраического уравнения, лежащих между данными пределами (Теорема Фурье 1796).
Исследовал, независимо от Ж. Мурайле, вопрос об условиях применимости разработанного Исааком Ньютоном метода численного решения уравнений (1818).
Монографии «Аналитическая теория тепла», в которой был дан вывод уравнения теплопроводности в твёрдом теле, и разработка методов его интегрирования при различных граничных условиях. Метод Фурье состоял в представлении функций в виде тригонометрических рядов Фурье.
Нашёл формулу представления функции с помощью интеграла, играющую важную роль в современной математике.
Доказал, что всякую произвольно начерченную линию, составленную из отрезков дуг разных кривых, можно представить единым аналитическим выражением.
В 1823 независимо от Эрстеда открыл термоэлектрический эффект, показал, что он обладает свойством суперпозиции, создал термоэлектрический элемент.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ВАЖНЫЕ СООТНОШЕНИЯ ФУРЬЕ-АНАЛИЗА

Дельта функция (функция Дирака)

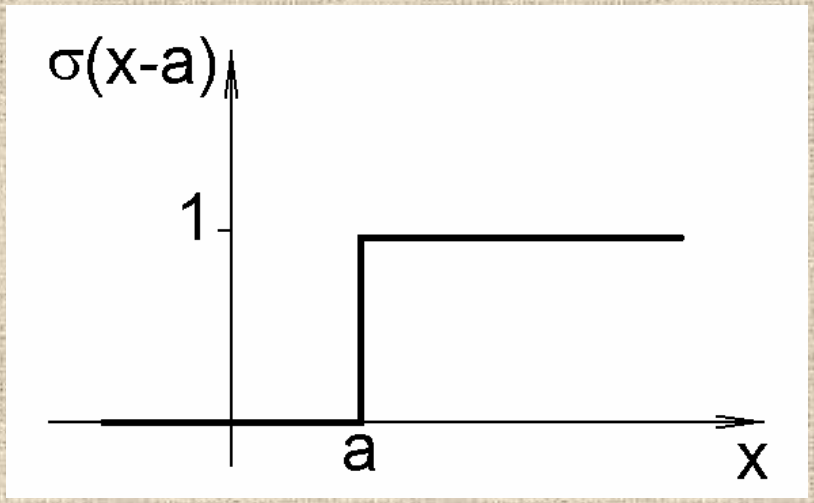


$$\delta(x-a)=\begin{cases}0\cdot если\cdot x\neq a\\ \infty\cdot если\cdot x=a\end{cases}$$

$$\int_{-\infty}^{+\infty}\delta(x)dx=1$$

$$\delta(x)=\int_{-\infty}^{+\infty}e^{2\pi ixy}dy$$

Функция Хевисайда (единична ступенчатая функция)



$$\sigma(x-a)=\begin{cases}0 & x<a\\ 1 & x\geq a\end{cases}$$

$$\frac{d}{dx}\sigma(x-a)=\delta(x-a)$$

Свертка функций

$$f(x) * g(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(X) \cdot g(X - x)\, dX$$

$$f(x) * \delta(x) = f(x)$$

$$f(x) * \delta(x - a) = f(x - a)$$

Фурье-образ функции

$f(x)$

$$\mathrm{F}\{f(x)\} = F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x}\, dx$$

$$f(x) = \mathrm{F}^{-1}\left[\mathrm{F}\{f(x)\}\right] = \int_{-\infty}^{+\infty} F(u) \cdot e^{-2\pi i u x}\, dx$$

Фурье-образы некоторых важных функций

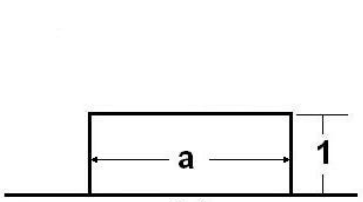
$f(-x)$	$\Rightarrow$	$F(-u)$
$f^*(x)$	$\Rightarrow$	$F^*(-u)$
$f(ax)$	$\Rightarrow$	$\frac{1}{a}F(u/a)$
$f(x)+g(x)$	$\Rightarrow$	$F(u)+G(u)$
$f(x)\cdot g(x)$	$\Rightarrow$	$\mathrm{F}\{f(x)\} * \mathrm{F}\{g(x)\}$
$f(x-a)$	$\Rightarrow$	$e^{2\pi iau}F(u)$

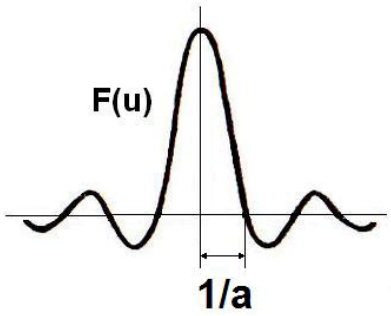
$\frac{d}{dx} f(x)$	$(-2\pi iu) \cdot F(u)$
$\frac{d^n}{dx^n} f(x)$	$(-2\pi iu)^n \cdot F(u)$
$\delta(x)$	1
$\delta(x-a)$	$e^{2\pi iau}$
$e^{-a^2x^2}$	$\frac{\sqrt{\pi}}{a} \cdot e^{-\frac{\pi^2 u^2}{a^2}}$
$f(x) = \begin{cases} 0 & \lvert x \rvert < a/2 \\ 1 & \lvert x \rvert \geq a/2 \end{cases}$	$\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$
$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2} \delta(x-na)$	$\frac{\sin(\pi Nau)}{\sin(\pi au)}$

Дифракция на щели

$$f(x)=\begin{cases}0 & |x|<a/2\\ 1 & |x|\geq a/2\end{cases}$$

$$F(u)=\int_{-\infty}^{+\infty} f(x)\cdot e^{2\pi iux}dx=\int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi iux}dx=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$



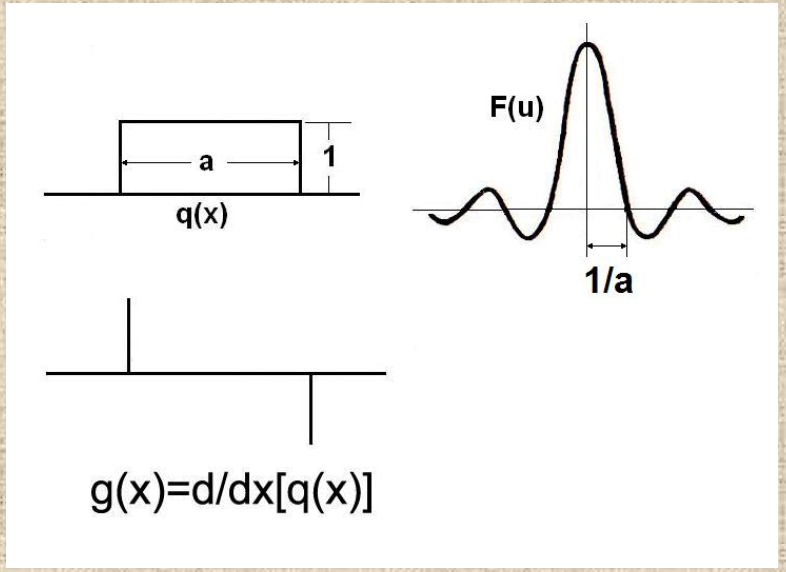


$$\int e^{\sigma x}=\frac{1}{\sigma}\cdot e^{\sigma x}$$

$$\int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi iux}=\left[\frac{1}{2\pi iu}\cdot e^{2\pi iux}\right]_{-a/2}^{+a/2}=\frac{1}{2\pi iu}\cdot e^{2\pi iu\frac{a}{2}}-\frac{1}{2\pi iu}\cdot e^{-2\pi iu\frac{a}{2}}=$$

$$\frac{1}{2\pi iu}\cdot\left(e^{2\pi iu\frac{a}{2}}-e^{-2\pi iu\frac{a}{2}}\right)=\frac{1}{\pi u}\cdot\left(\frac{e^{\pi iua}-e^{-\pi iua}}{2i}\right)=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

$$\begin{cases}\dfrac{e^{ix}+e^{-ix}}{2}=\cos x\\ \dfrac{e^{ix}-e^{-ix}}{2i}=\sin x\end{cases}$$



$$f(x)=\begin{cases}0 & |x|<a/2\\ 1 & |x|\geq a/2\end{cases}$$

$$f(x)=\sigma(x-a/2)-\sigma(x+a/2)$$

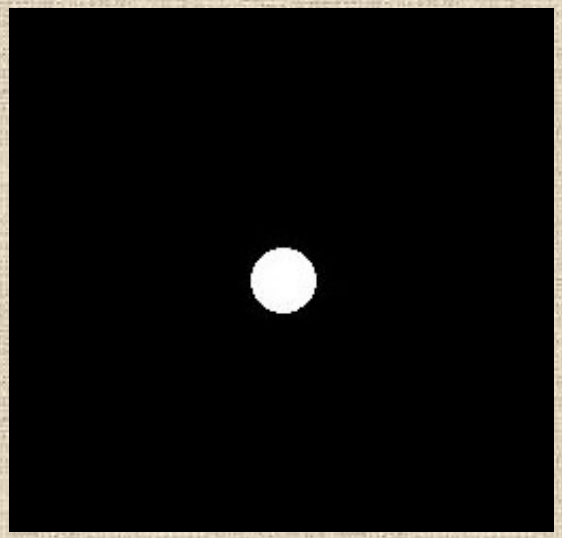
$$g(x)=\frac{d}{dx}f(x)=\delta(x-a/2)-\delta(x+a/2)$$

$$G(u)=e^{-2\pi i\frac{a}{2}}-e^{2\pi i\frac{a}{2}}=-2\pi i\cdot\sin(\pi ua)$$

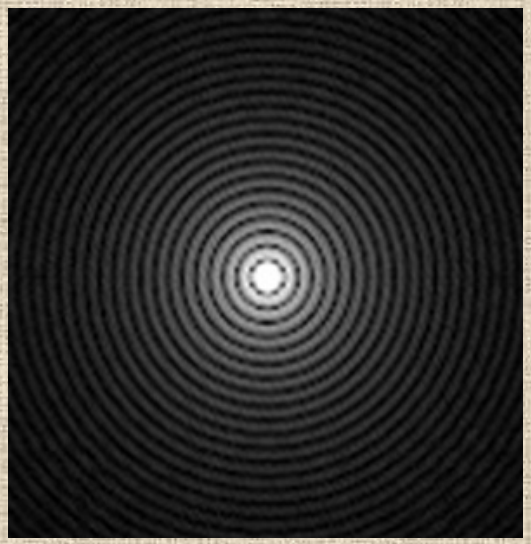
$$G(u)=\mathrm{F}\left\{\frac{d}{dx}f(x)\right\}=-2\pi iu\cdot F(u)$$

$$F(u)=\frac{2i\sin(\pi au)}{2\pi iu}=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

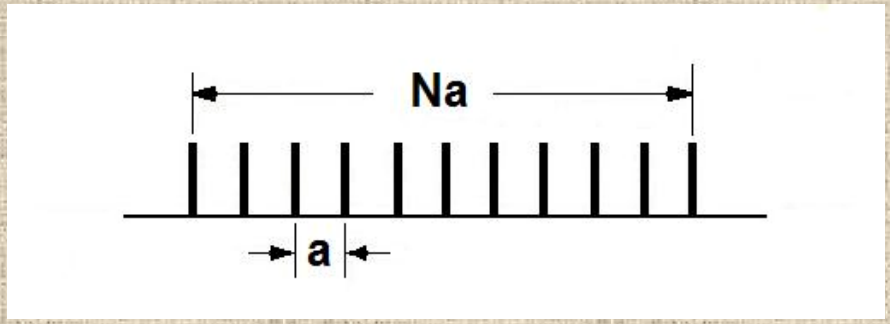
Дифракция на круглом отверстии



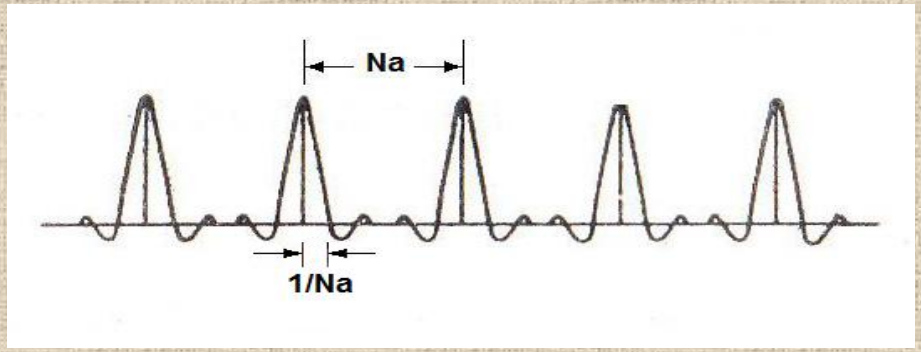
$$F(u) = \frac{J_1(\pi a u)}{\pi u}$$



Дифракция на периодической решетке



$$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2} \delta(x - na)$$



$$F(u) = \frac{\sin(\pi N a u)}{\sin(\pi a u)}$$

Функция

Её фурье-образ

$$\delta(x-a) \quad \Longrightarrow \quad e^{2\pi iau}$$

$$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2} \delta(x-na)$$

$$F(u) = \sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2} \exp\{2\pi iuna\}$$

$$F(u) = \sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2} \exp\{2\pi iuna\} = \exp\{-\pi iu(N-1)a\} \sum_{0}^{N-1} \exp\{2\pi iuna\}$$

Сумма в предыдущем выражении это геометрическая прогрессия

$$\sum_{0}^{N-1} \exp\{2\pi i u n a\}$$

$$a_1 = 1 \qquad q = e^{2\pi i u a} \qquad S_n = \frac{a_1\left(q^n - 1\right)}{q - 1}$$

$$\sum_{0}^{N-1} \exp\{2\pi i u n a\} = \frac{\exp i\{2\pi u N a\} - 1}{\exp i\{2\pi u a\} - 1}$$

$$F(u)=\sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2}\exp\{2\pi iuna\}=$$

$$=\exp\{-\pi iu(N-1)a\}\sum_{0}^{N-1}\exp\{2\pi iuna\}=$$

$$=\exp\{-\pi iu(N-1)a\}\frac{\exp\{2\pi iuNa\}-1}{\exp\{2\pi iua\}-1}=$$

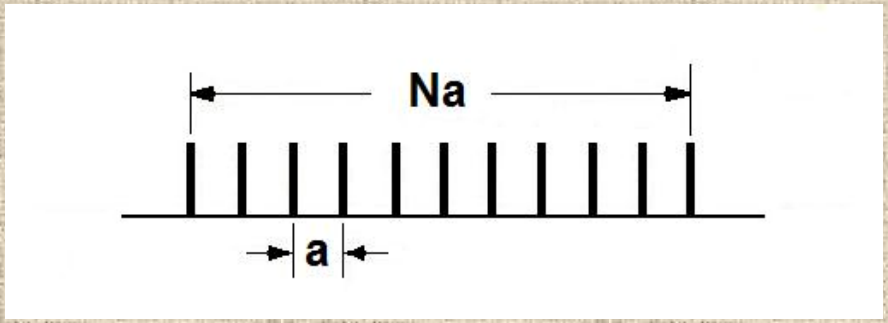
$$=\exp\{-\pi iu(N-1)a\}\frac{\exp\{2\pi iuNa\}-1}{\exp\{2\pi iua\}-1}\cdot\frac{\exp(-\pi iua)}{\exp(-\pi iua)}=$$

$$=\frac{\exp(\pi iuNa)-\exp(-\pi iuNa)}{\exp(\pi iua)-\exp(-\pi iua)}=\frac{\sin(\pi Nua)}{\sin(\pi ua)}$$

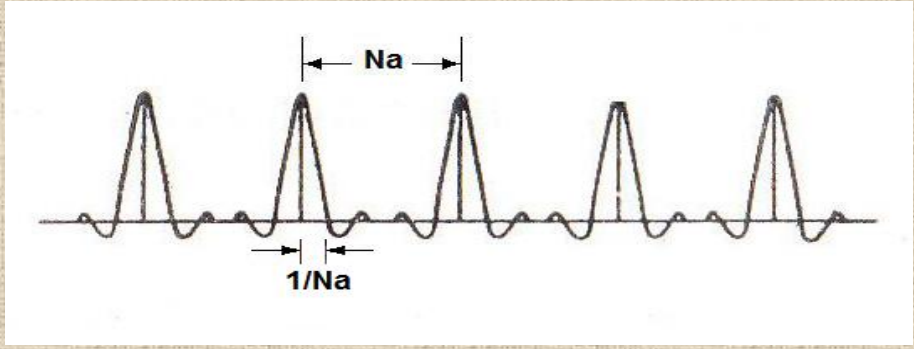
$$\begin{cases} e^{ix}=\cos x+i\sin x \\ e^{-ix}=\cos x-i\sin x \end{cases}$$

$$\begin{cases} \dfrac{e^{ix}+e^{-ix}}{2}=\cos x \\ \dfrac{e^{ix}-e^{-ix}}{2i}=\sin x \end{cases}$$

Дифракция на периодической решетке



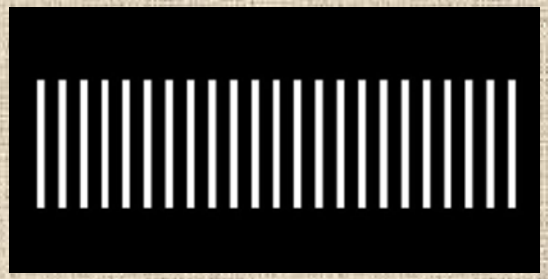
$$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{(N-1)/2} \delta(x - na)$$

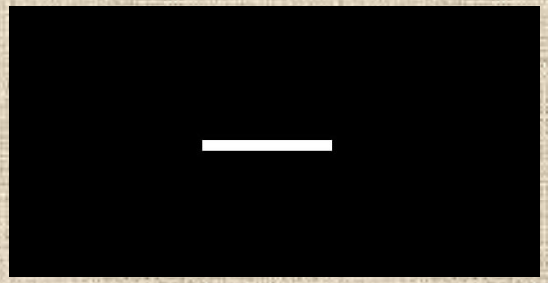


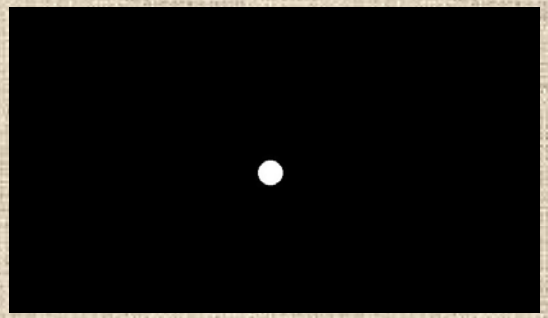
$$F(u) = \frac{\sin(\pi N a u)}{\sin(\pi a u)}$$

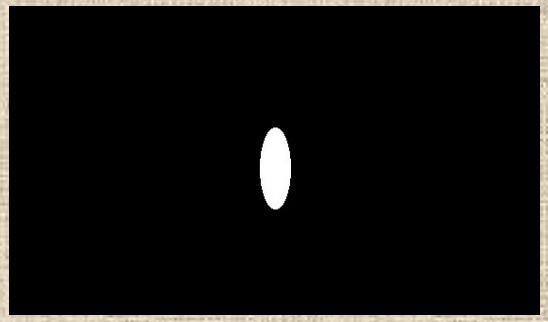
$f(x,y)$

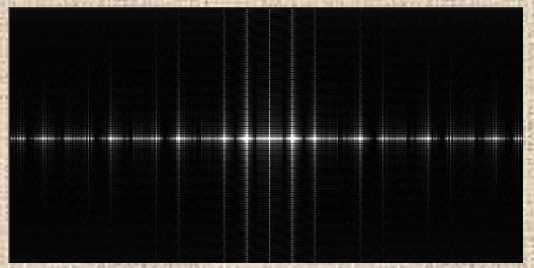
$\mathrm{F}\{f(x,y)\}$

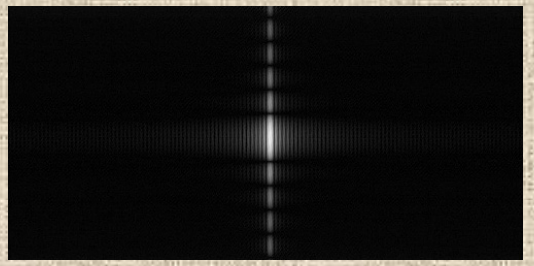


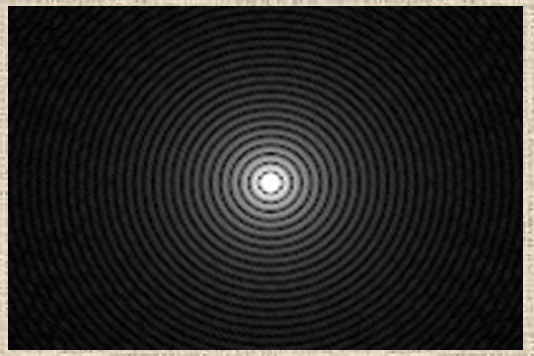


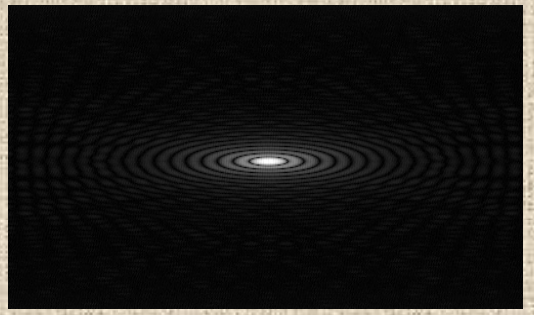








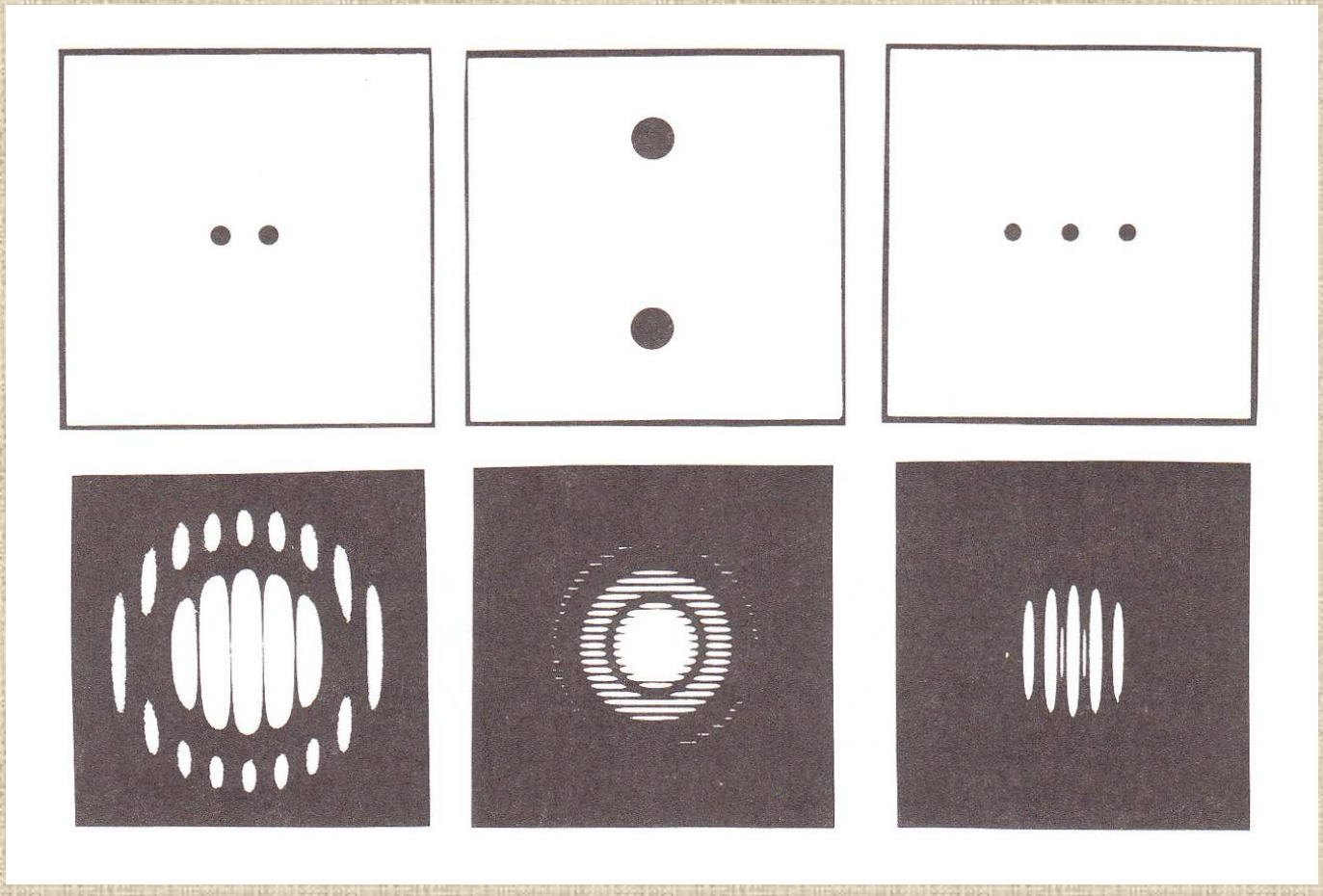




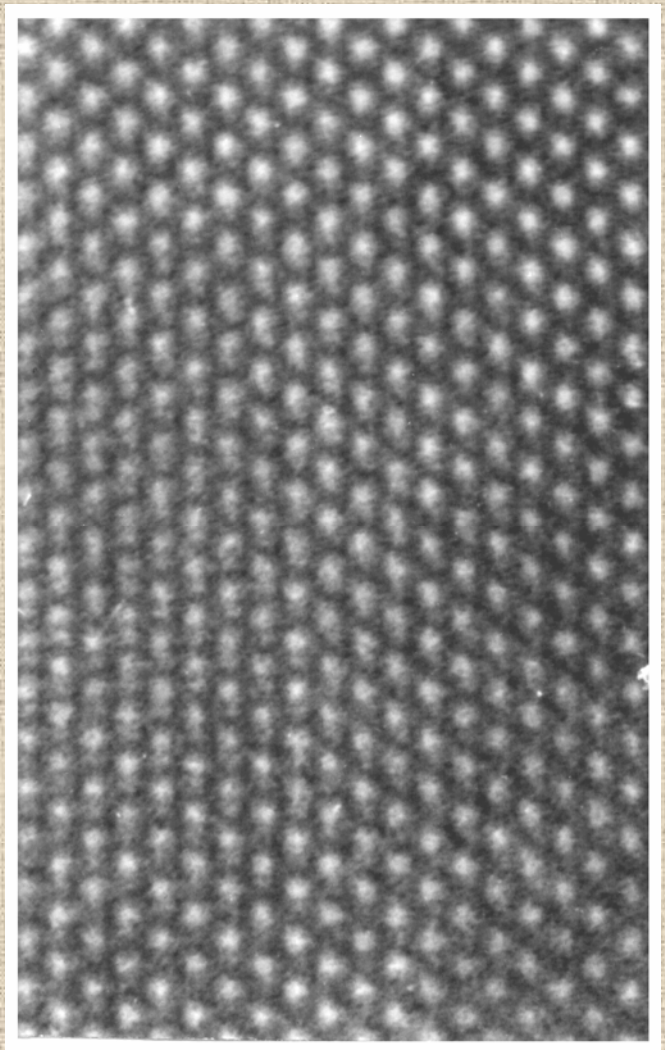
Прямое пространство {X,Y}

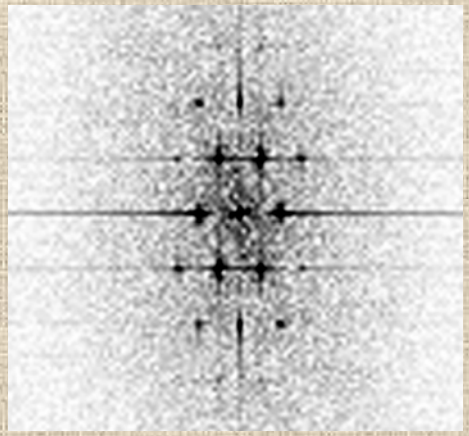
Обратное пространство Фурье {U,V}

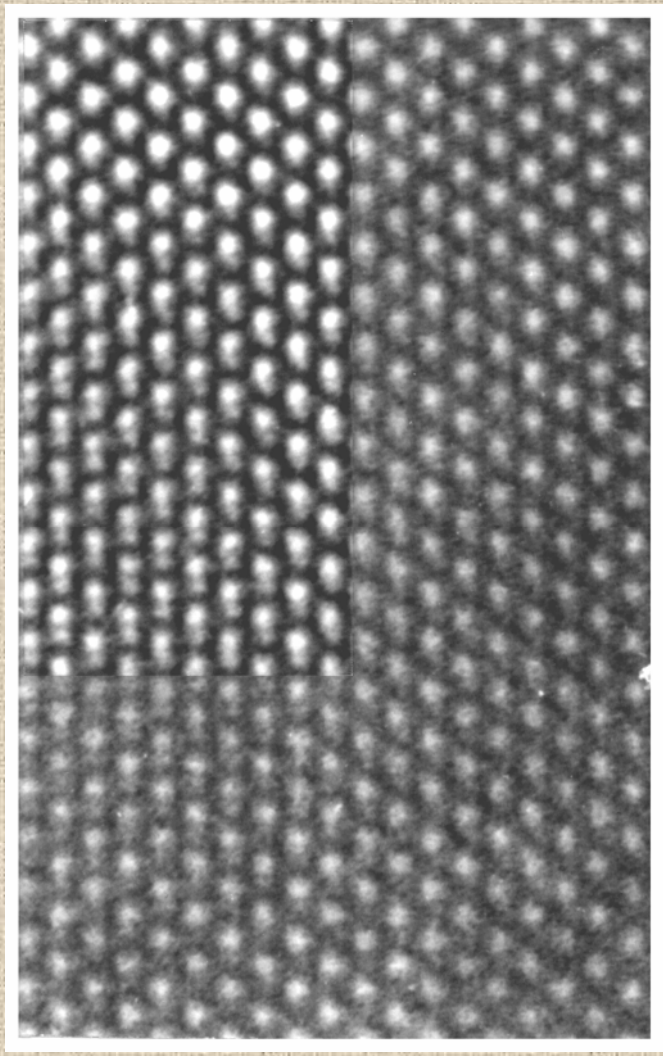
Прямое пространство



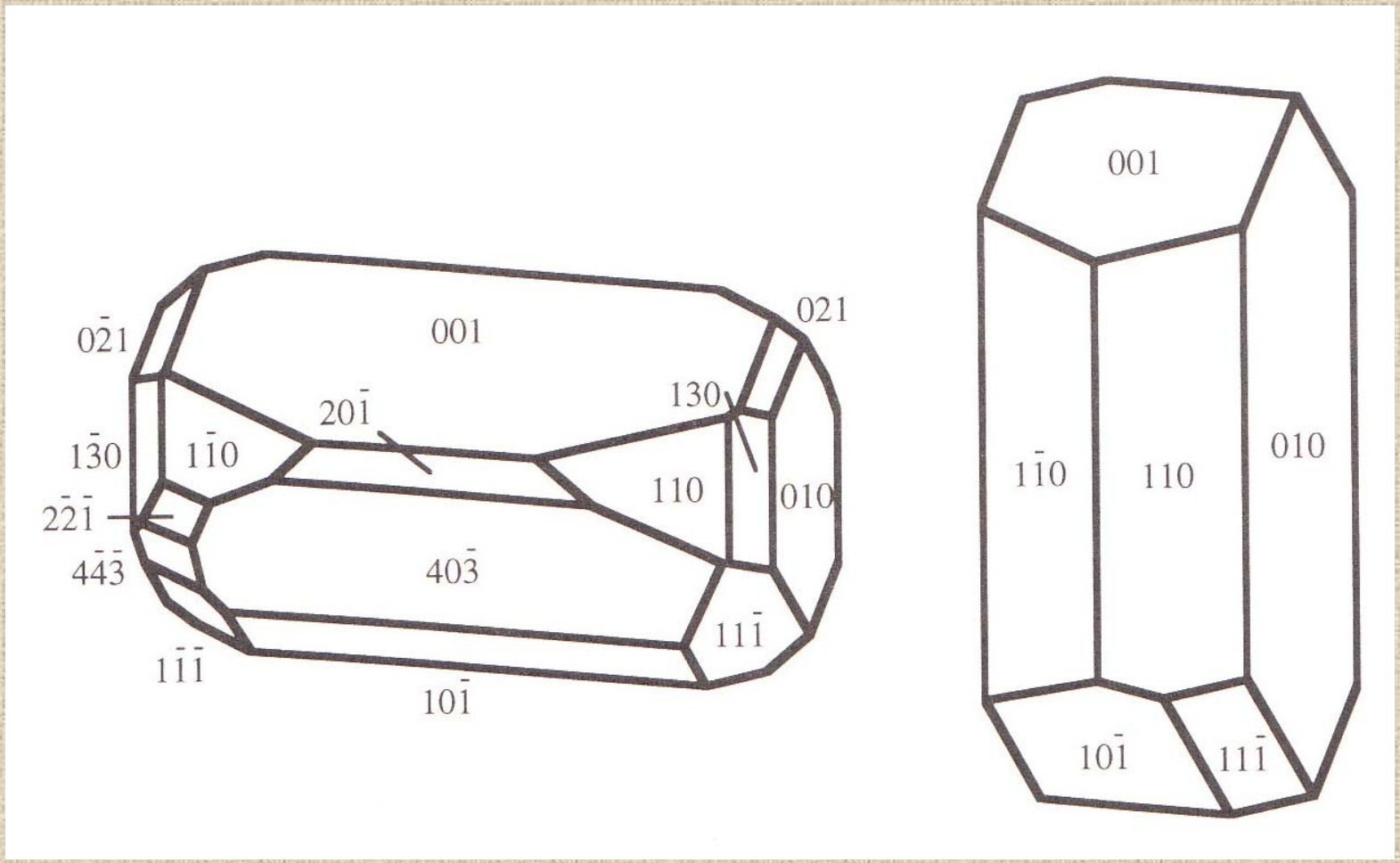
Обратное пространство Фурье



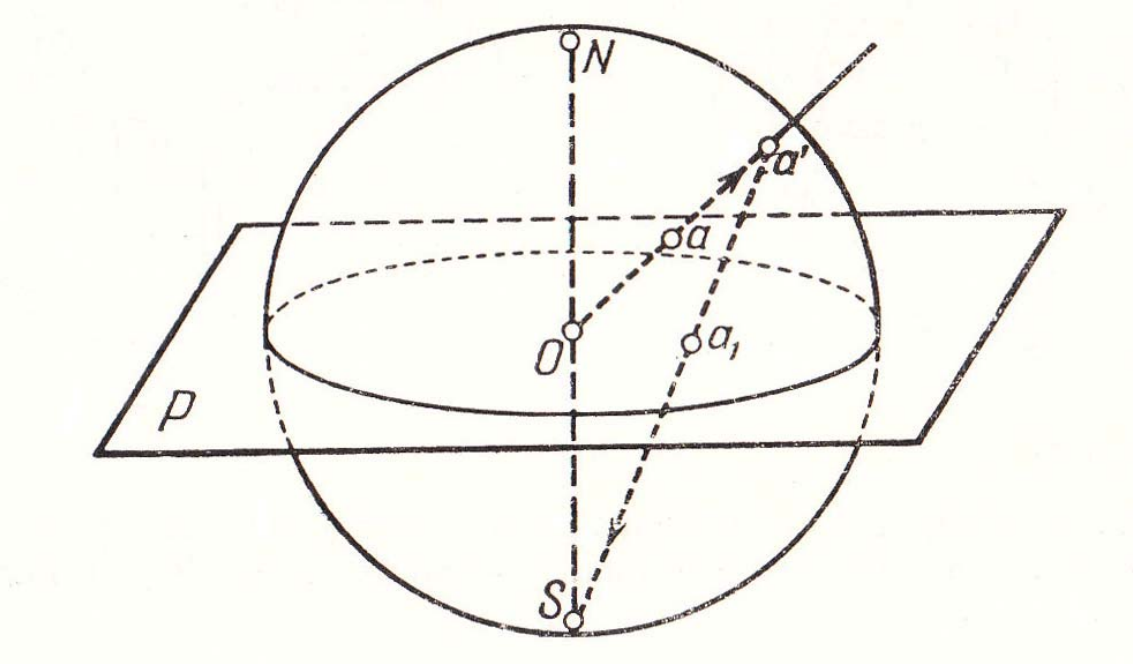




СПОСОБЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ КРИСТАЛЛОВ

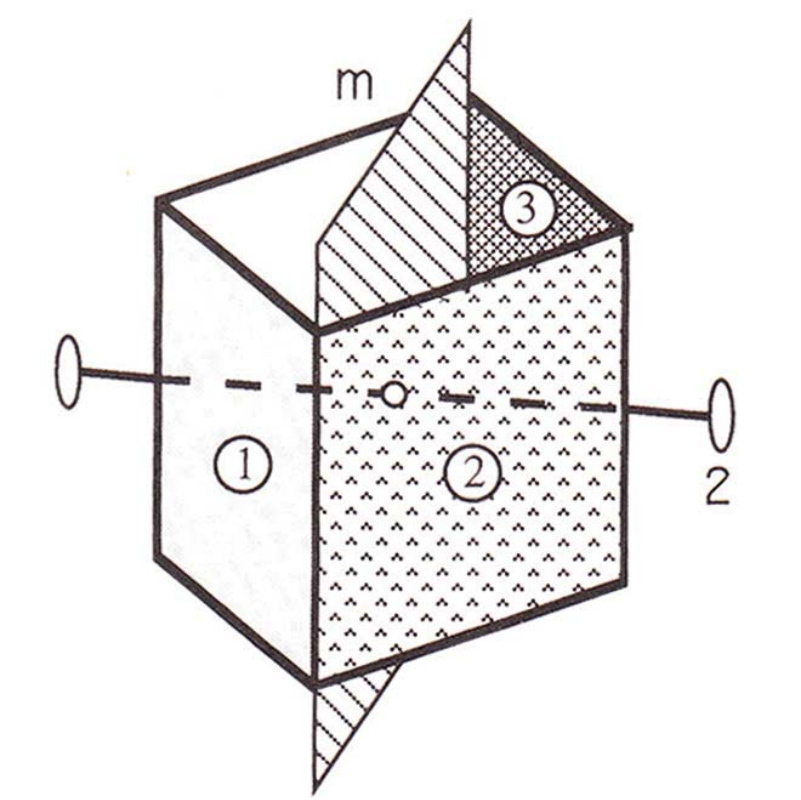

001
021
$0\bar{2}1$
$20\bar{1}$
130
$1\bar{3}0$
$1\bar{1}0$
110
010
$2\bar{2}\bar{1}$
$4\bar{4}\bar{3}$
$40\bar{3}$
$11\bar{1}$
$1\bar{1}\bar{1}$
$10\bar{1}$
001
$1\bar{1}0$
110
010
$10\bar{1}$
$11\bar{1}$

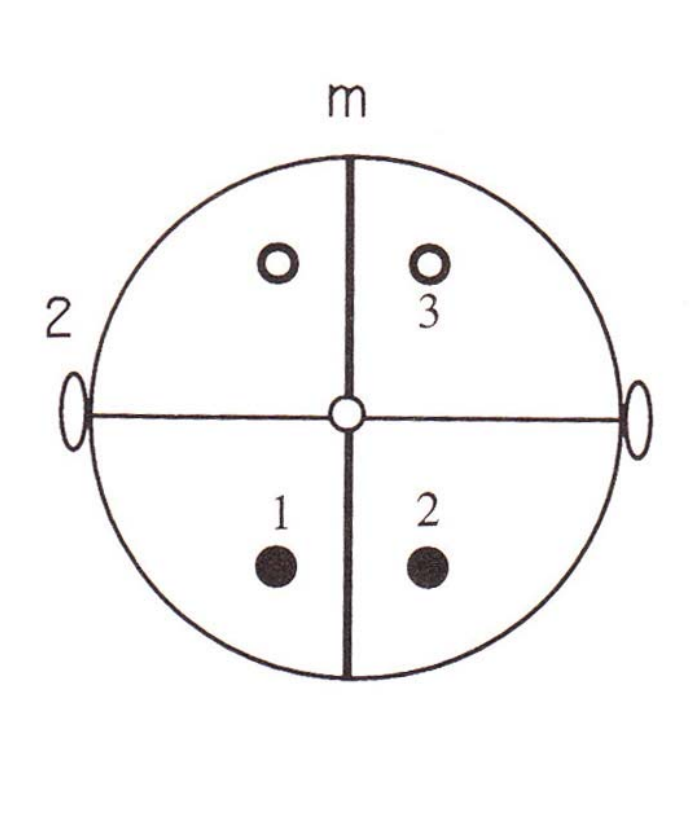
СТЕРЕОГРАФИЧЕСКАЯ ПРОЕКЦИЯ



Точка «а» в пространстве V проектируется на поверхность сферы
- точка «а’» это сферическая проекция;
- проекция этой точки «а’» на плоскость Р т.е. точка «a_1»
носит название стереографической проекции

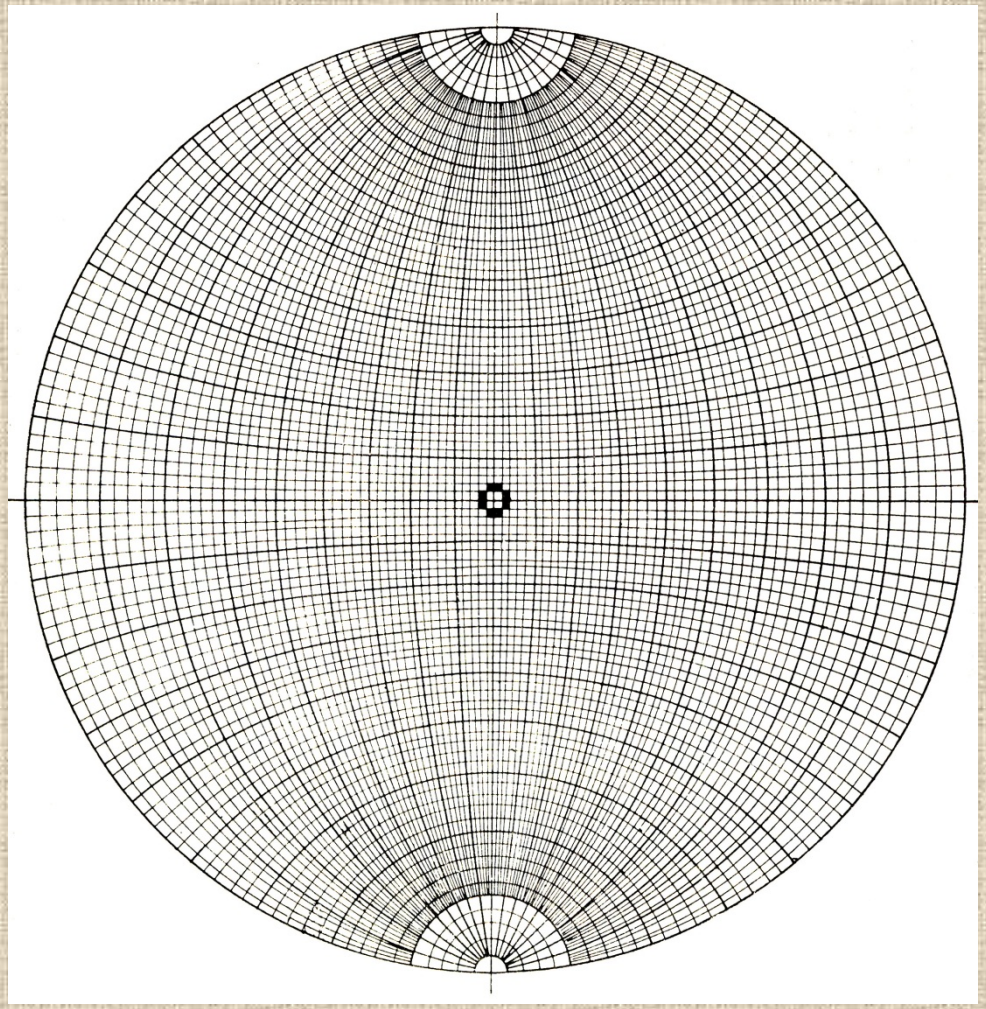
Пример изображения некоторых плоскостей и элементов симметрии в прямом пространстве и пространстве нормалей на стреографической проекции





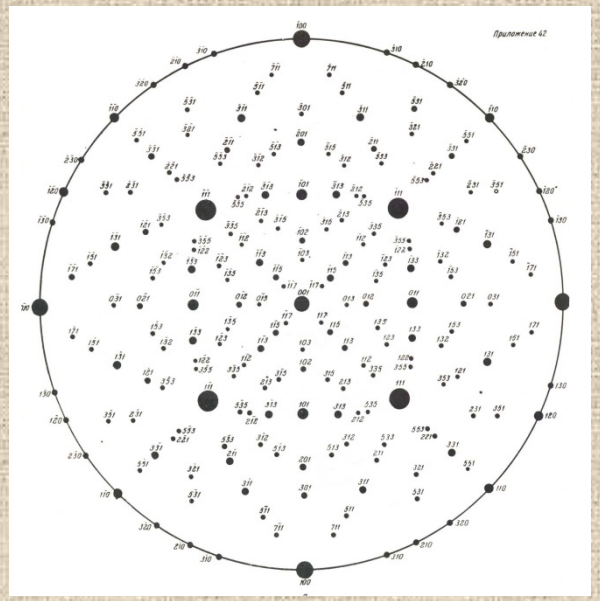
Сетка Вульфа

(стереографическая проекция параллелей и меридианов построенных с шагом 2 градуса на сфере и спроектированные на экваториальную плоскость)

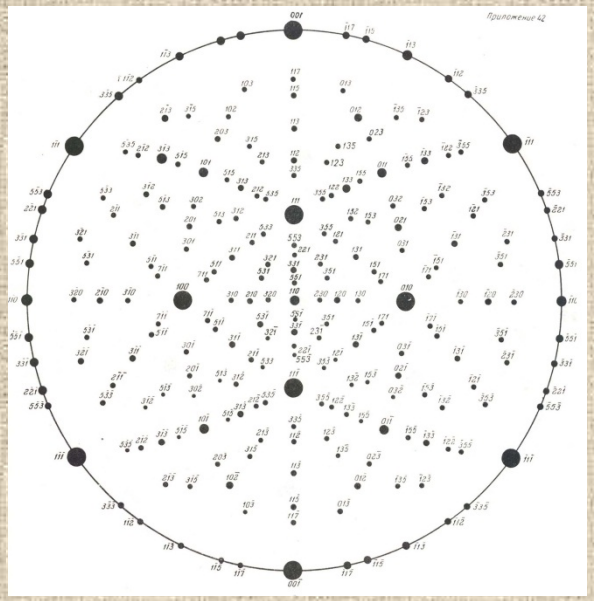


Гномостетеографические проекции кубического кристалла

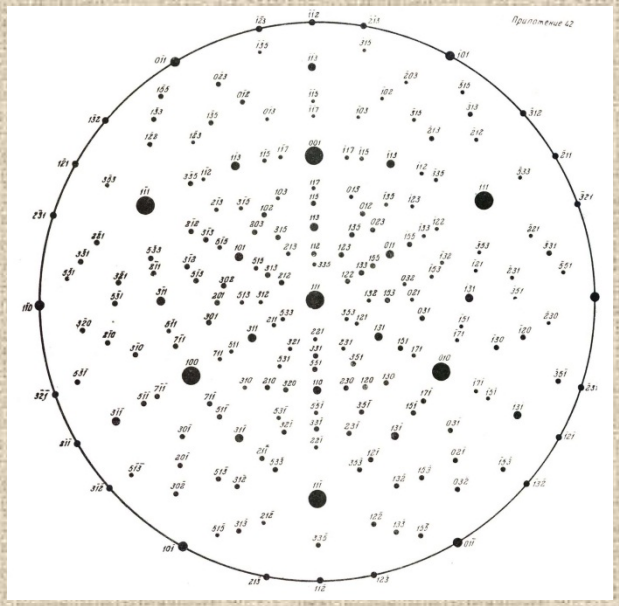
Выходы нормалей к плоскостям кристалла



(001)

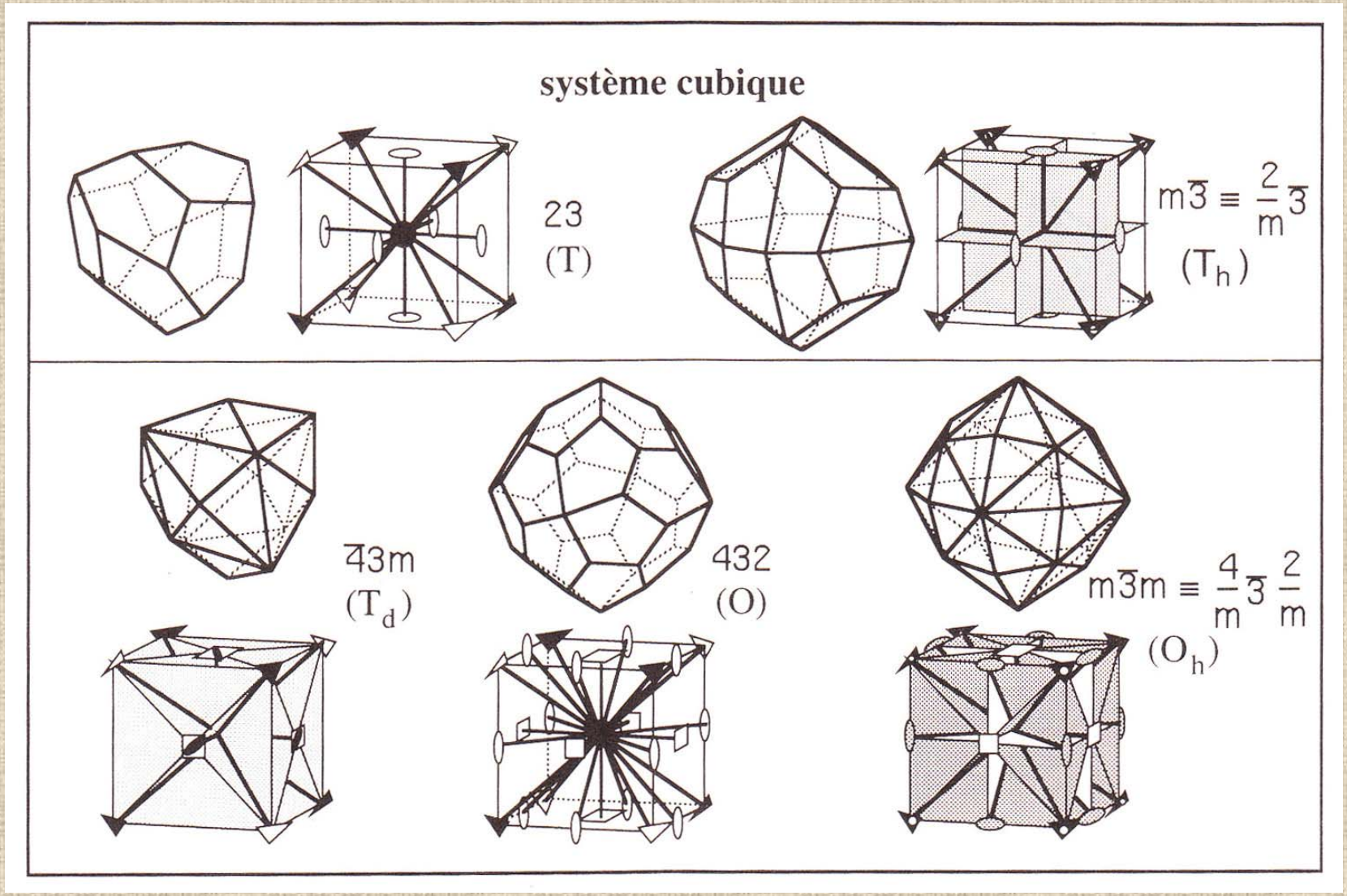


(110)

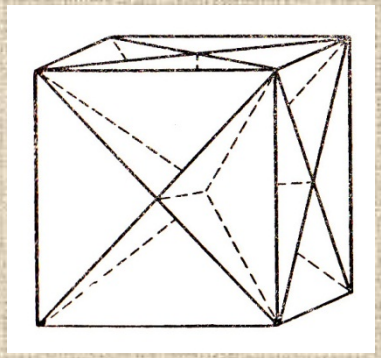


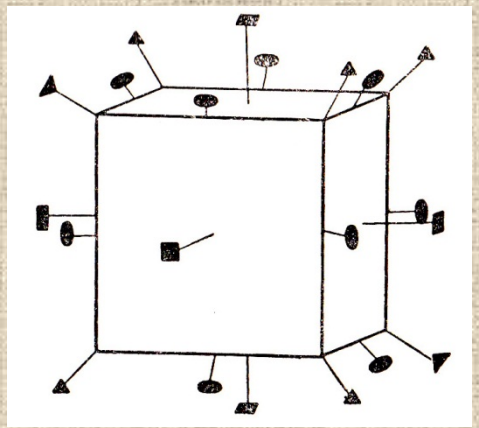
(111)

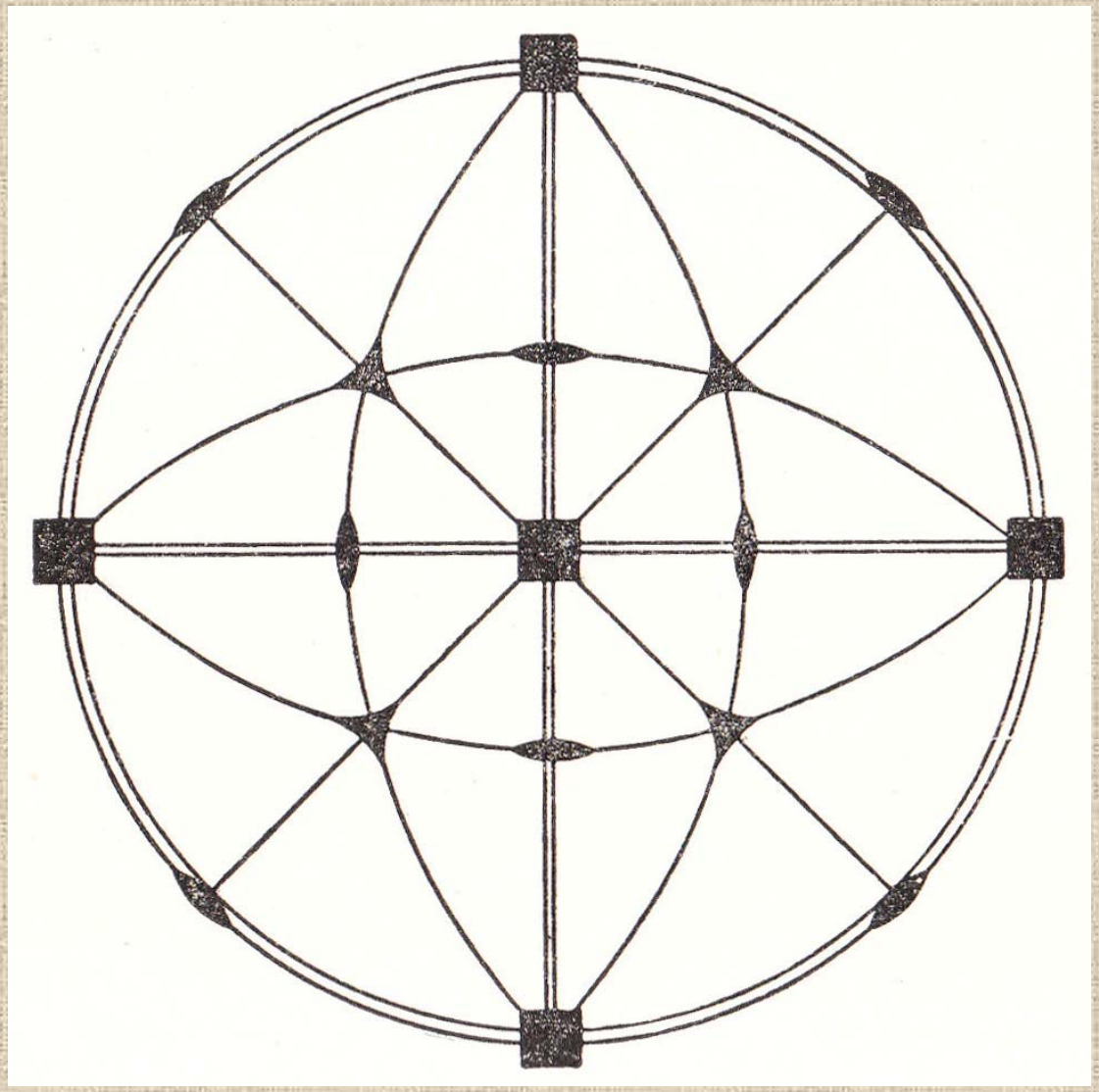
Элементы симметрии кубической сингонии



Стереографическая проекция элементов симметрии кубического кристалла





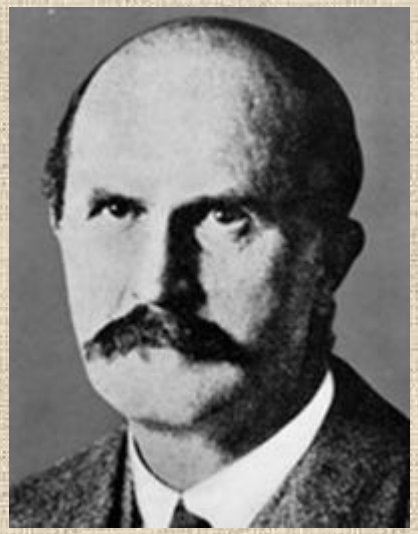


1. Дж.Каули, Физика дифракции, Москва, Мир, 1976, с.432
2. Г.С.Горелик Колебания и волны, Мсоква, Физматлит, 2008, с.656
3. А.А.Харкевич, Спектры и анализ, Москва, ГИ Физ.Мат.Лит.1962, с.234
4. Г.Пейн Физика колебаний и волн, Москва, Мир, 1979, с.390
5. Azaroff L.V. X-ray Diffraction, 1974, McGraw-Hill Book Company, New York, p.665
6. Р.Джеймс, Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, Москва, ИЛ, 1950, с.572
7. Г.С.Жданов, Основы рентгеноструктурного анализа, Москва, Гостехиздат, 1940, с.446
8. В.И.Иверонова, Г.П.Ревкевич, Теория рассеяния ренгеновских лучей, Москва, *МГУ,* 1978, с.278
9. А.М.Гинье, Рентгенография кристаллов, Москва, Физматгиз, 1961, с.604
10. Б.Я.Пинес Лекции по структурному анализу, Харьков, ХГУ, 1957, с.476
11. У.Вустер, Диффузное рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах, Москва, ИЛ, 1963, с.
12. Я.С.Уманский, Рентгенография металлов, Москва, Металлургия, 1967, с.236
13. А.Ф.Скрышевский, Структурный анализ жидкостей, Москва, Мир, 1976, с.256

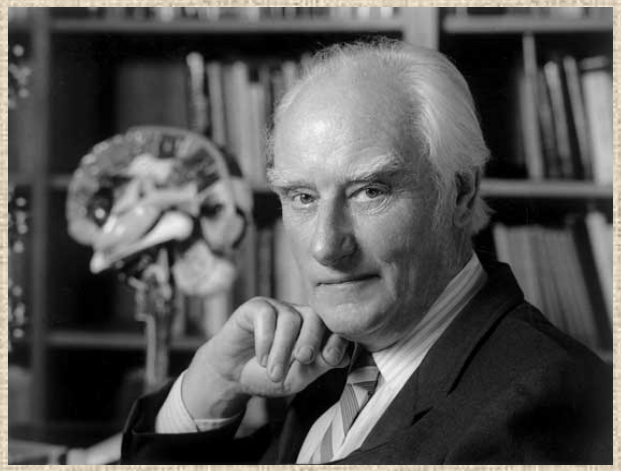
Вильгельм Конрад Рентген (Wilhelm Conrad Röntgen) 27 марта 1845 Линнепе, Германская империя, 10 февраля 1923 (77 лет) Мюнхен, Германия, Университет Мюнхена (научный руководитель Август Кундт)

Нобелевская премия (1901) по физике за открытие X-излучения.

Лауэ Макс Теодор Феликс фон (*Max von Laue*; 9 октября 1879, Кобленц, Германская империя — 24 апреля 1960, Западный Берлин) — немецкий физик, **лауреат Нобелевской премии по физике в 1914 г. «за открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах».**



сэр Уильям Генри Брэгг
Sir William Henry Bragg
02-07-1862 – 12-03-1942 (79 лет)
- Английский физик, лауреат **Нобелевской премии по физике за создание основ рентгеноструктурного анализа1915 год**
(совместно со своим сыном У.Л.Брегом)



В 1962 Френсис Крик с Дж. Уотсоном и М. Уилкинсом получили Нобелевскую премию по физиологии и медицине «за открытие ими молекулярной структуры нуклеиновых кислот и ее значения в передаче информации в живой материи».

Жан Батист Жозеф Фурье (*Jean Baptiste Joseph Fourier*; 21 марта 1768, Осер, Франция — 16 мая 1830, Париж), французский математик и физик.

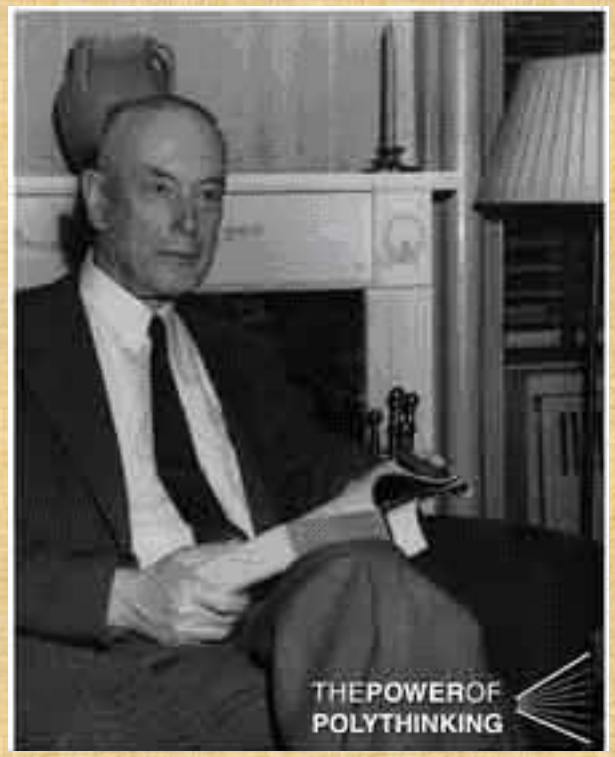
Его имя внесено в список величайших учёных Франции, помещённый на первом этаже Эйфелевой башни.

Введение в физику дифракции

2. Физические основы динамической теории рассеяния рентгеновских лучей

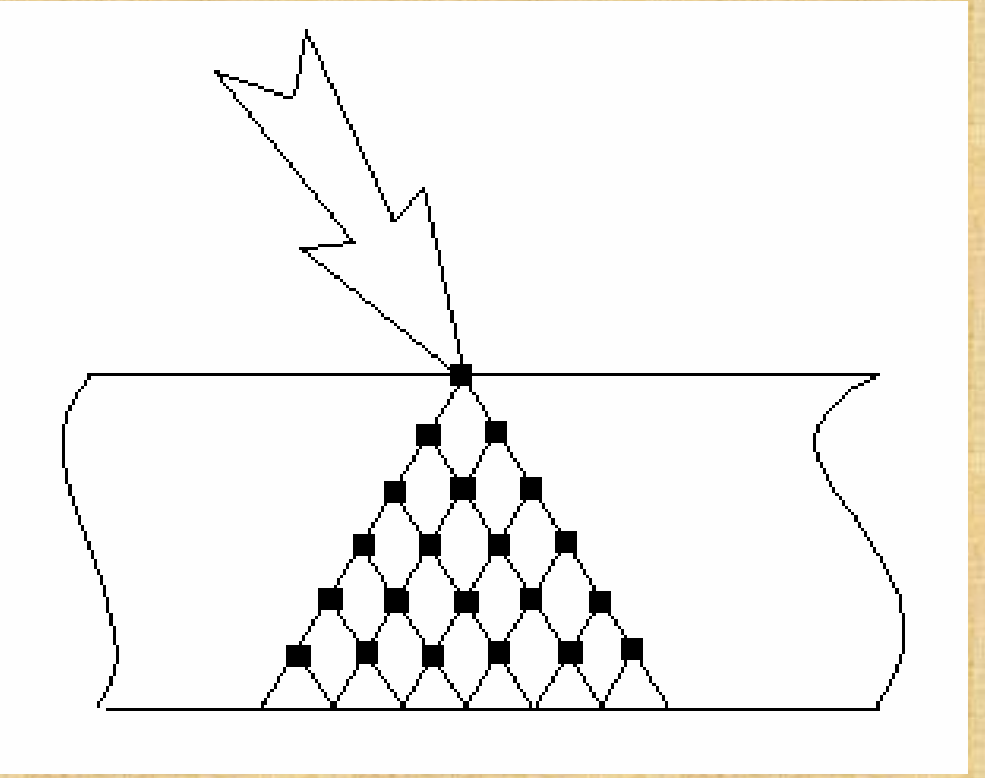
Проф., дфмн Суворов Э.В.

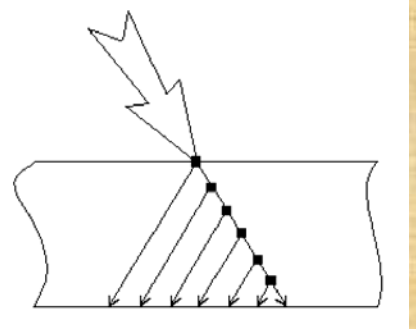
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК



Пол Питер Эвальд (1888-1985) вместе с М.Лауэ являются создателями современной кинематической и динамической теорий рассеяния рентгеновских лучей. После открытия дифракции ретгеновских лучей П.П.Эвальд начал в 1917 г. исследования в совершенно новой тогда области науки - определения атомной структуры вещества путем анализа рентгеновских дифракционных картин. Его магистерская диссертация называлась "Об основах Кристаллооптики". В 1978 году за выдающиеся достижения в теоретической физике П.П.Эвальд получил медаль имени Макса Планка Немецкого физического общества (DPG), старейшего и крупнейшего в Европе физического общества в мире.

Динамическое рассеяние





В треугольнике рассеяния образуется самосогласованное электромагнитное поле. Это поле описывается уравнениями Максвелла.

ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ В СОВЕРШЕННОМ КРИСТАЛЛЕ

$$\begin{cases} [\nabla \mathbf{E}] = -\frac{1}{c} \cdot \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \\ [\nabla \mathbf{H}] = \frac{1}{c} \cdot \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + 4\pi \mathbf{J} \end{cases}$$

Уравнения Максвелла описывающие поведение волнового поля в среде

$$\begin{cases} div\mathbf{E} = 4\pi\rho(r) \\ div\mathbf{H} = 0 \end{cases}$$

Свойства электромагнитных полей в среде

D, B – вектора электрической и магнитной индукции
E - вектор напряженности электрического поля в вакууме;
c - фазовая скорость поля в вакууме;
J - ток смещения, связан с вектором электрической поляризации

соотношением $\mathbf{J} = \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial t}$

P – вектор электрической поляризации среды

$$\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E} \qquad \mathbf{B} = \mu \mathbf{H}$$

$$\mathbf{D} = \mathbf{E} + 4\pi\mathbf{P} = \varepsilon\mathbf{E} \qquad \mathbf{P} = \frac{1}{4\pi}\chi \cdot \mathbf{E}$$

$$\varepsilon = 1 + 4\pi\left|\frac{\mathbf{P}}{\mathbf{E}}\right| \qquad \varepsilon = \frac{1}{c^2} = 1 + \chi = n^2 \qquad n = \sqrt{1+\chi}$$

P – вектор поляризации среды
χ – коэффициент поляризуемости среды
n – показатель преломления
ε – диэлектрическая проницаемость среды

$$\chi(\mathbf{r}) = -\frac{e^2\lambda^2}{mc^2\pi}\rho(\mathbf{r}) \qquad \rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V}\cdot\sum_{hkl} F(hkl)\cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})}$$

$$\chi(\mathbf{r}) = -\frac{R\lambda^2}{\pi V}\cdot\sum_{hkl} F(hkl)\cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} = \sum_{hkl}\left\{-\frac{R\lambda^2}{\pi V}\cdot F(hkl)\right\}\cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} \qquad R = \frac{e^2}{mc^2}$$

$$\chi(\mathbf{r}) = \sum_{hkl}\chi_{hkl}\cdot e^{-(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} \qquad \chi_{hkl} = -\frac{R\lambda^2}{\pi V}\cdot F(hkl)$$

$$\chi_H = \chi_{Hr} + i\chi_{Hi}$$

$$\chi_H \neq \chi_{\overline{H}}$$

$$\begin{cases} [\nabla \mathbf{E}] = -\frac{1}{c} \cdot \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \\ [\nabla \mathbf{H}] = \frac{1}{c} \cdot \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + 4\pi \mathbf{J} \end{cases} \qquad \begin{cases} div\mathbf{E} = 4\pi\rho(r) \\ div\mathbf{H} = 0 \end{cases}$$

Уравнения Максвелла

$$\Delta \mathbf{D} - \frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial^2 \mathbf{D}}{\partial t^2} + 4\pi \cdot rot(rot\mathbf{P}) = 0$$

-неоднородное волновое уравнение в непрерывной среде

$$\Delta \mathbf{D} - \frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial^2 \mathbf{D}}{\partial t^2} + rot(rot\chi \mathbf{D}) = 0 \qquad \mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \sum_m \mathbf{D}_m(\mathbf{r}) \cdot e^{i[\omega t - (\mathbf{k}_m \mathbf{r})]}$$

Волновое уравнение

$$\Delta \mathbf{D} - \frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial^2 \mathbf{D}}{\partial t^2} + rot(rot\chi \mathbf{D}) = 0$$

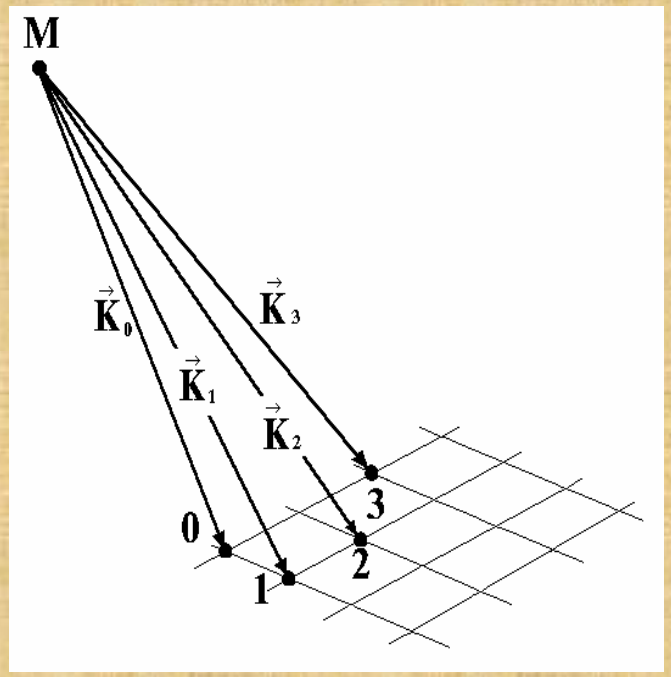
Система дисперсионных уравнений
П.Эвальд, М. Лауэ (1926-1931)

$$\frac{\mathbf{K_n}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_n}^2} \cdot \mathbf{D_n} = \sum_m \chi_{n-m} \cdot (\mathbf{D_m})_n$$

Уравнения С. Такаги (1969)

$$\begin{cases} -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1} C \mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C \mathbf{D}_0 - \alpha(r) \cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot (\mathbf{H}_{hkl}, \mathbf{U}(\mathbf{r}))$$

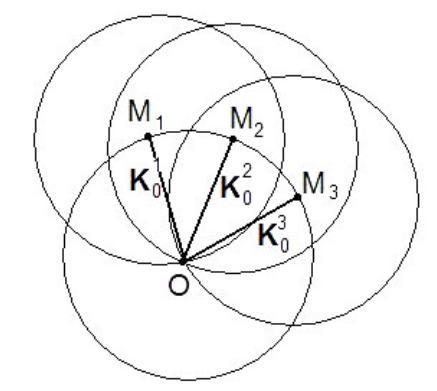


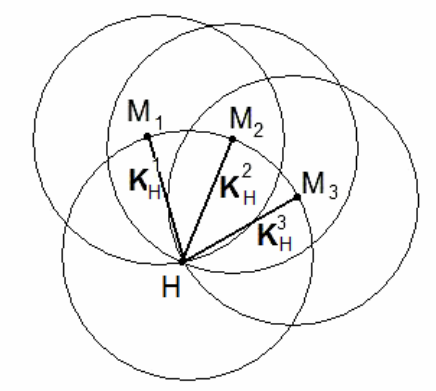
$$\frac{K_n^2 - k^2}{K_n^2} \cdot D_n = \sum_m \chi_{n-m} \cdot (D_m)_n$$

Эта система линейных алгебраических уравнений связывающая волновые вектора и проекции амплитуд векторов индукции получила название системы дисперсионных уравнений П.Эвальд, М. Лауэ (1926-1931)

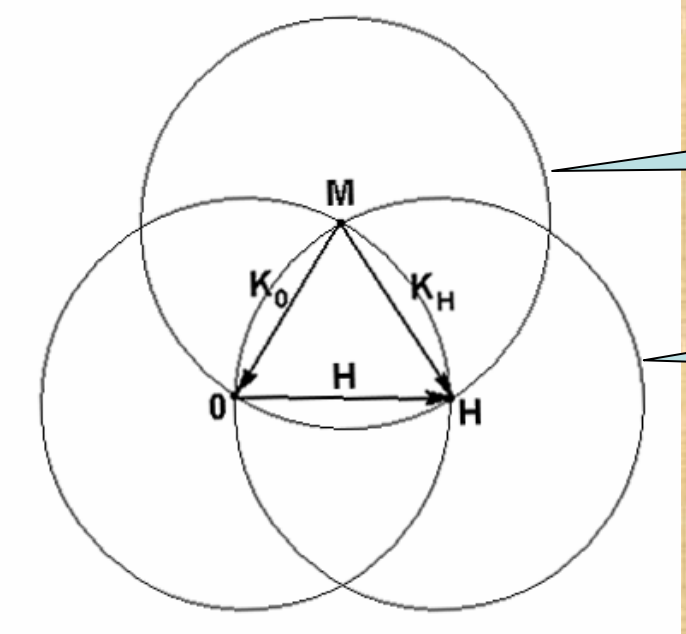
$(D_m)_n$ -проекция вектора D_m на направление, перпендикулярное вектору K_n,

$|k| = \frac{\omega}{c}$ - значение волнового вектора в вакууме





Если на сферу Эвальда попадает только одна точка О или Н (дифракции нет), вектора K_0 и $K_н$ могут занимать в пространстве любые ориентации. Они не связаны между собой.

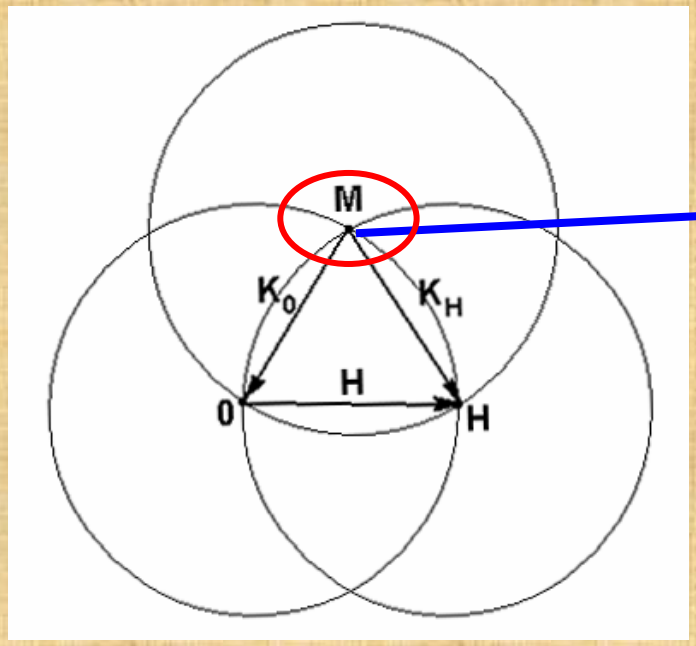


Сфера Эвальда

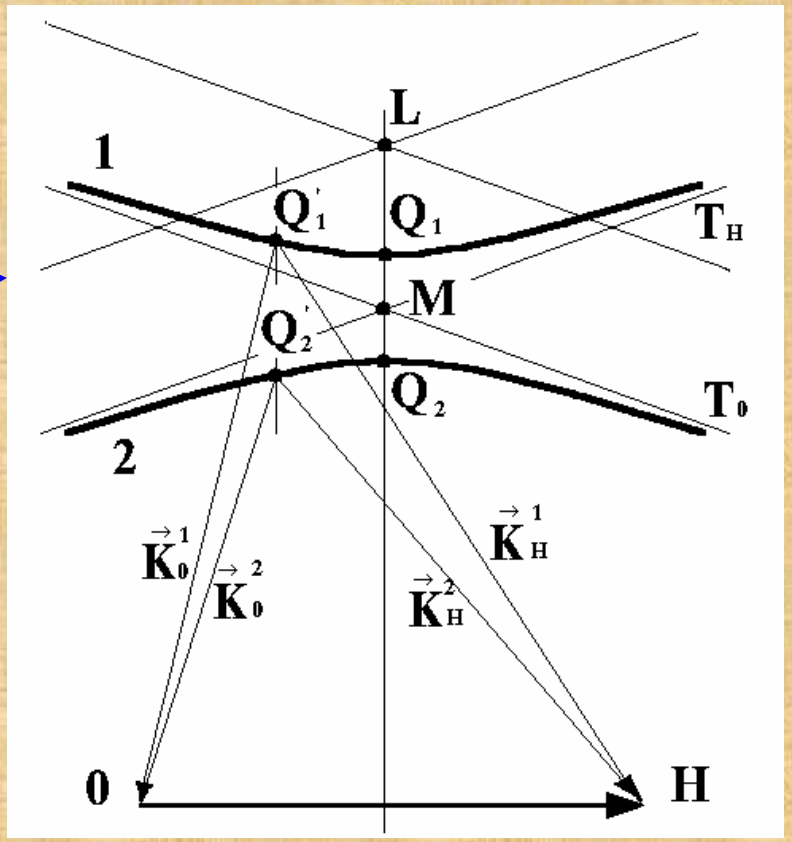
Сфера распространения

$$\mathbf{H} = \mathbf{K}_{\mathbf{H}} - \mathbf{K}_{\mathbf{0}}$$

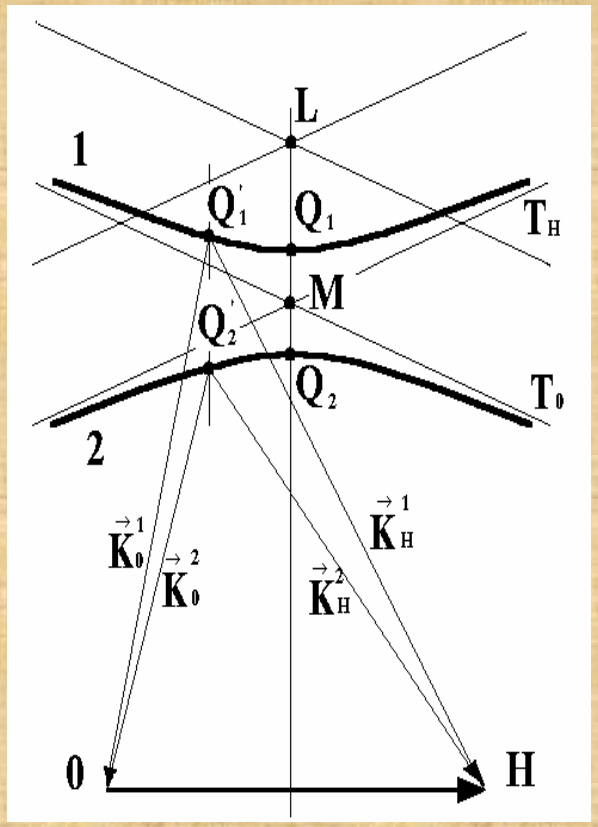
Геометрическая интерпретация двухволнового приближения в теории дифракции



увеличение
$\times 10^6$



ДВУХВОЛНОВОЕ ПРИБЛИЖЕНИЕ В СОВЕРШЕННОМ КРИСТАЛЛЕ



$$\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \mathbf{D}_0 \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K}_0,\mathbf{r})]} + \mathbf{D}_1 \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K}_1,\mathbf{r})]}$$

$$\begin{cases} \dfrac{\mathbf{K}_0^{\,2}-\mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_0^{\,2}} \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_0 \mathbf{D}_0 + C\chi_{-1} \cdot \mathbf{D}_1 \\ \dfrac{\mathbf{K}_1^{\,2}-\mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_1^{\,2}} \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 \mathbf{D}_0 + C\chi_0 \cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

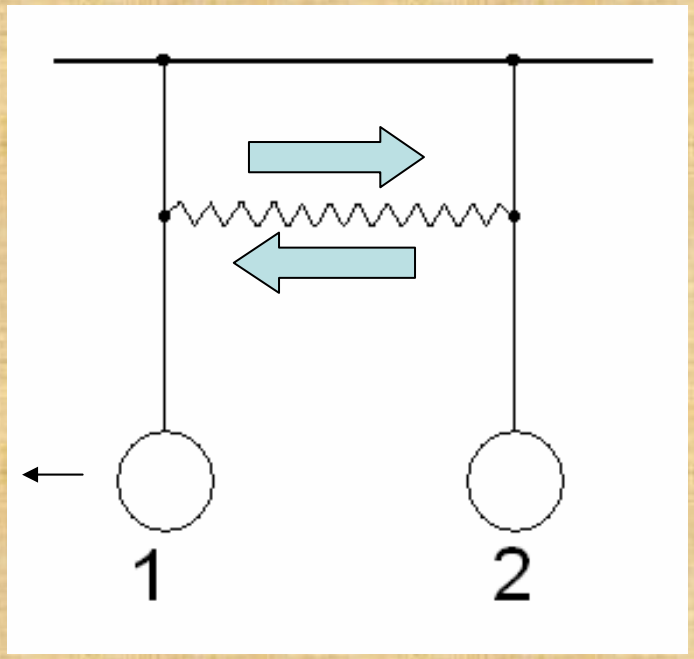
$$\left(\frac{\mathbf{K}_0^{\,2}-\mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_0^{\,2}} - \chi_0\right) \cdot \left(\frac{\mathbf{K}_1^{\,2}-\mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_1^{\,2}} - \chi_0\right) = C^2\chi_{-1}\chi_1$$

Здесь поляризационный множитель *C=1* для компонент волнового поля, поляризованных перпендикулярно к плоскости рассеяния (σ–поляризация), и *C=cos2* для компонент, поляризованных в этой плоскости (π–поляризация),

$\theta = \frac{1}{2}\mathbf{K}_0\hat{}\mathbf{K}_1$ **- брегговский угол.**

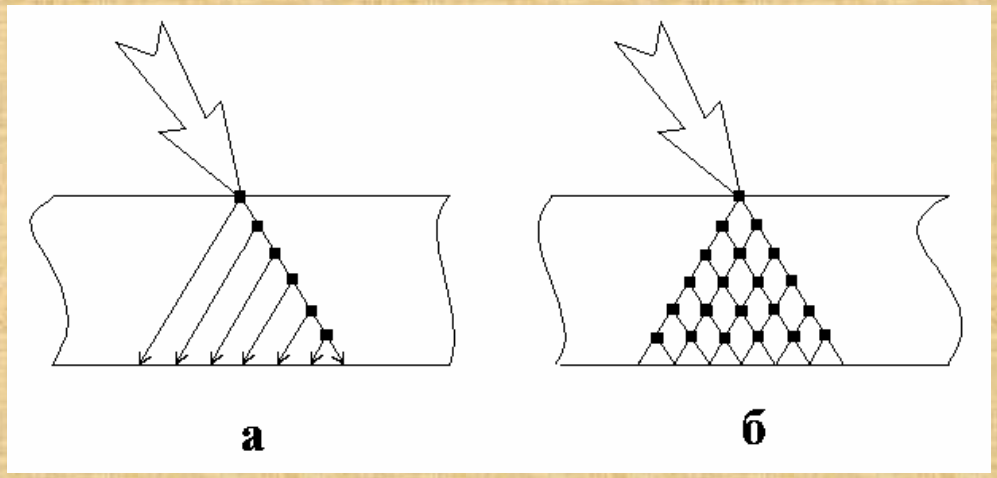
АНАЛОГИИ

1. Колебания связанных маятников

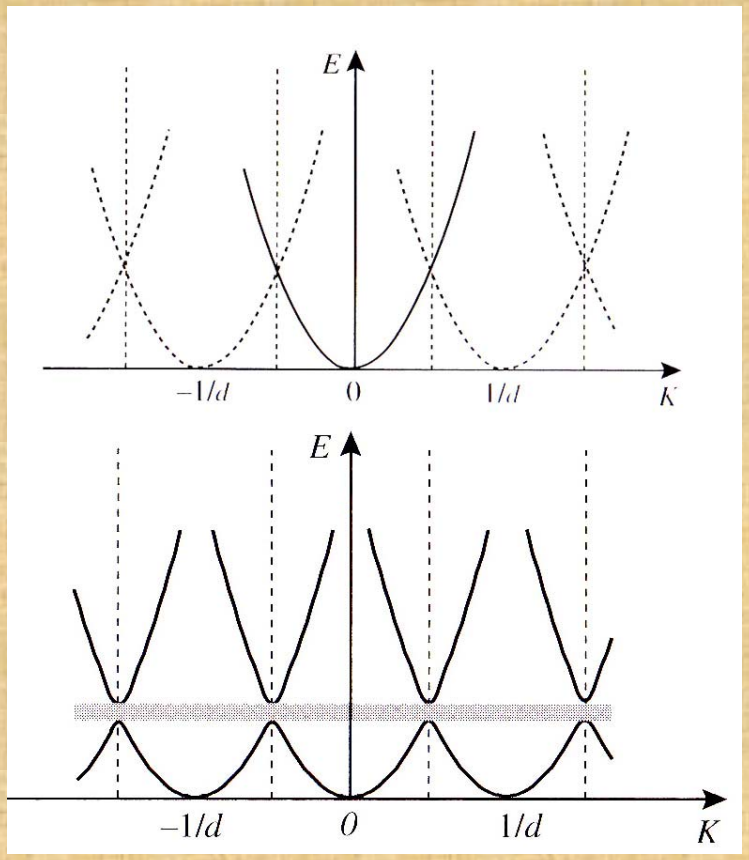


Энергия колебаний будет перетекать от маятника 1 к маятнику 2 и обратно.

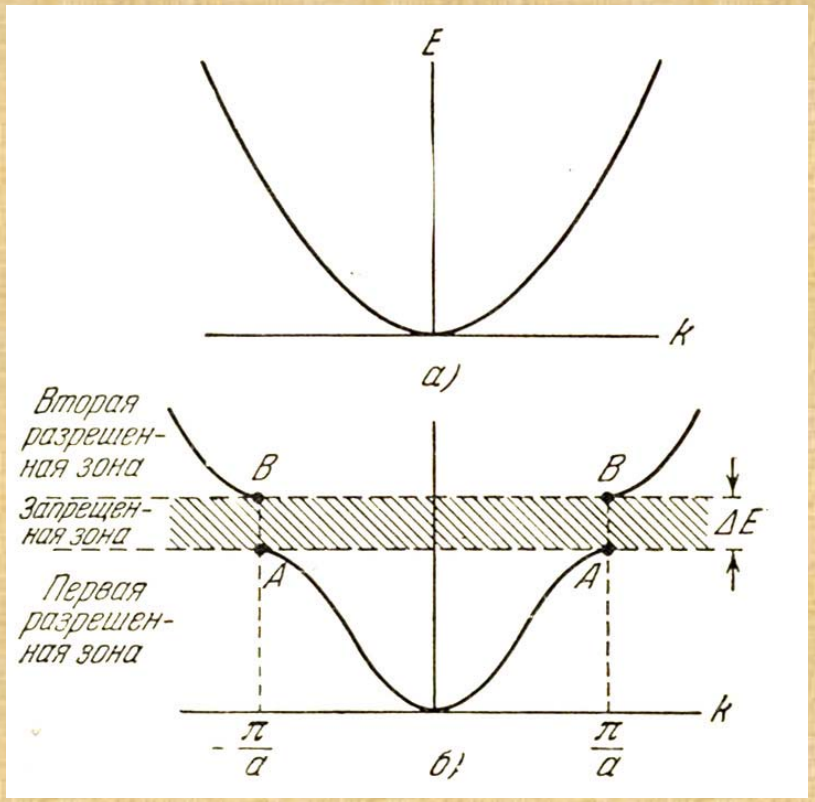
Это явление носит название маятникого эффекта



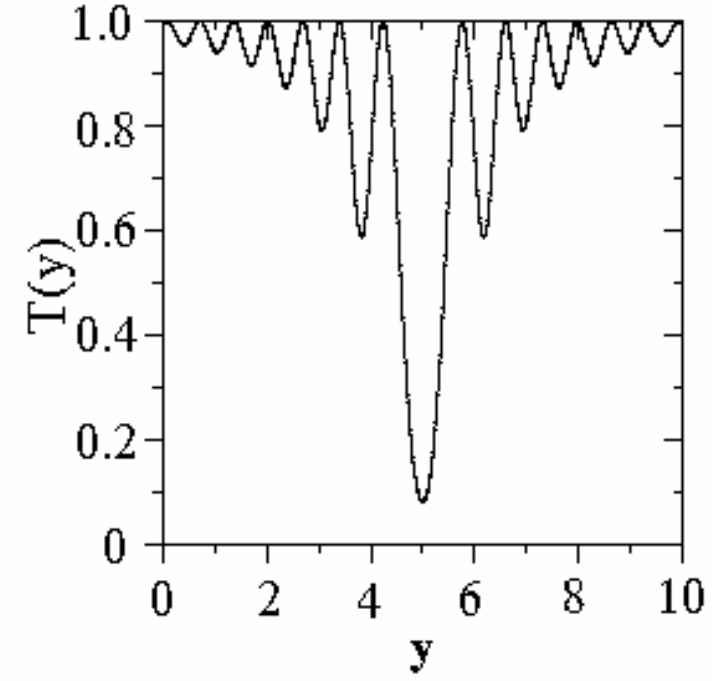
2. Зависимость энергии электронов от волнового ветора в параболической потенциальной яме

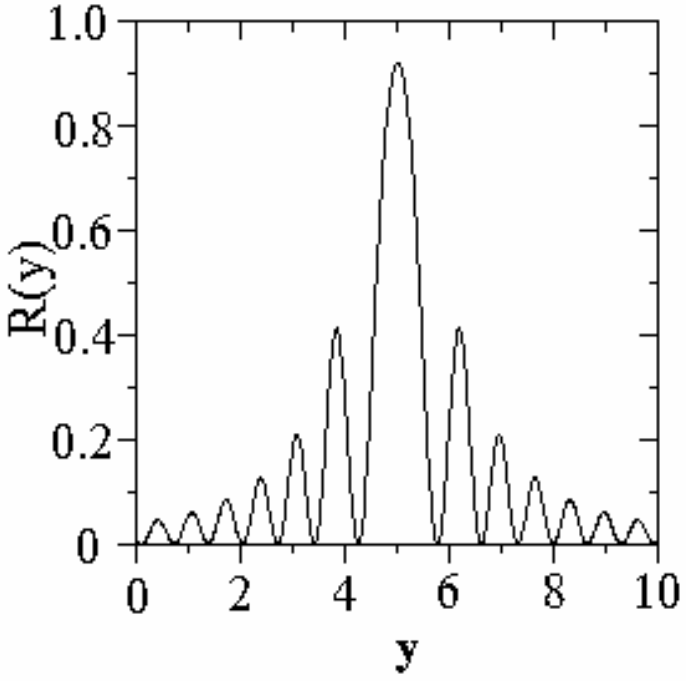


$$E = \frac{h^2}{2m} \cdot k^2$$



а) - энергия электронов в одномерной периодической среде, с периодом *d* в прямом пространстве и бесконечно малым потенциалом взаимодействия;
б) - в случае потенциала взаимодействия отличного от нуля, для электронов появляются запрещенные зоны энергии.





Характер изменений коэффициентов прохождения T(A,y) и отражения R(A,y) в окрестности брегговского максимума

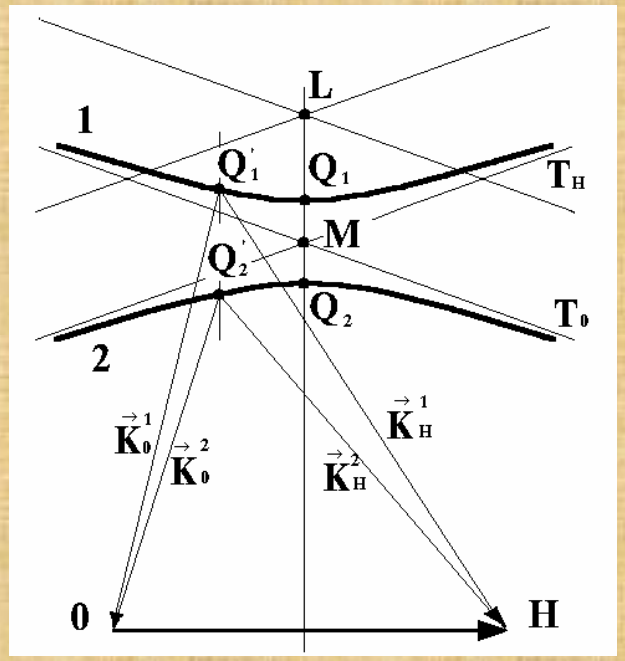
$$T(y) = \frac{1}{1+y^2} \cdot \left[y^2 + \cos^2\left(A\sqrt{1+y^2} \right) \right]$$

$$R(y) = \left| \frac{\chi_h}{\chi_{\bar{h}}} \right| \cdot \frac{\sin^2\left(A\sqrt{1+y^2} \right)}{1+y^2}$$

$$A = \frac{\pi t}{\Lambda}, y = \frac{\sin 2\theta_B}{C\left|\chi_{rh}\right|} \cdot \Delta\theta, \Lambda = \frac{\lambda \cdot \cos\theta_B}{C\left|\chi_{rh}\right|}$$

ВАЖНЕЙШИЕ СЛЕДСТВИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

1) Эффект маятниковых осцилляций



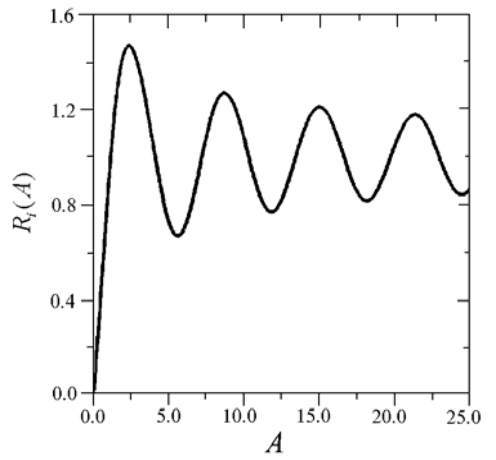
$$\Delta k_{min} = \left|{}^{1}\mathbf{K} - {}^{2}\mathbf{K}\right| \approx kC\sqrt{\chi_{-1}\chi_{1}} \cdot \sec\theta$$

$k \approx 10^{8}\ см^{-1}$ $\quad |\chi| \approx 10^{-5}$ $\quad \Delta k_{min} \approx 10^{3}\ см^{-1}$

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta\mathbf{K}|} \qquad \Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta\mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c\sqrt{\chi_{H}\chi_{-H}}}$$

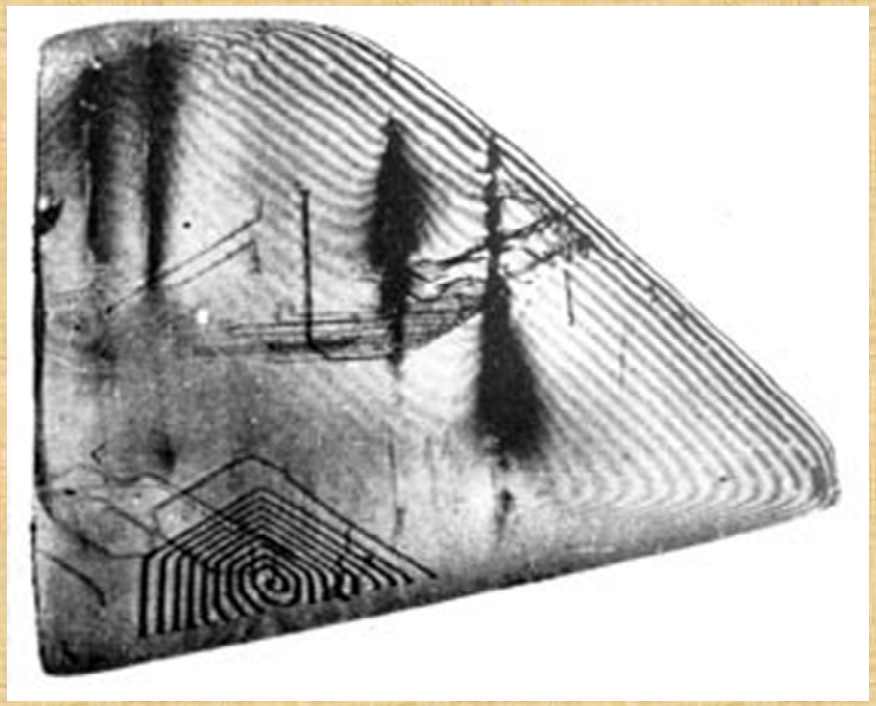
Этот параметр получил название экстинкционной длины

Экспериментальный пример маятникого эффекта

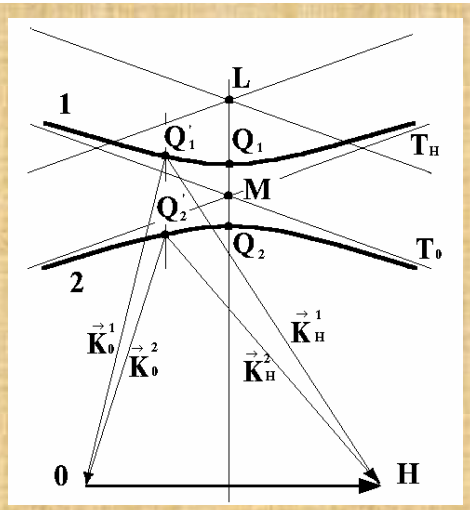


Осциллирующий характер зависимости $R_i(A)$ интегрального коэффициента отражения от толщины кристалла.

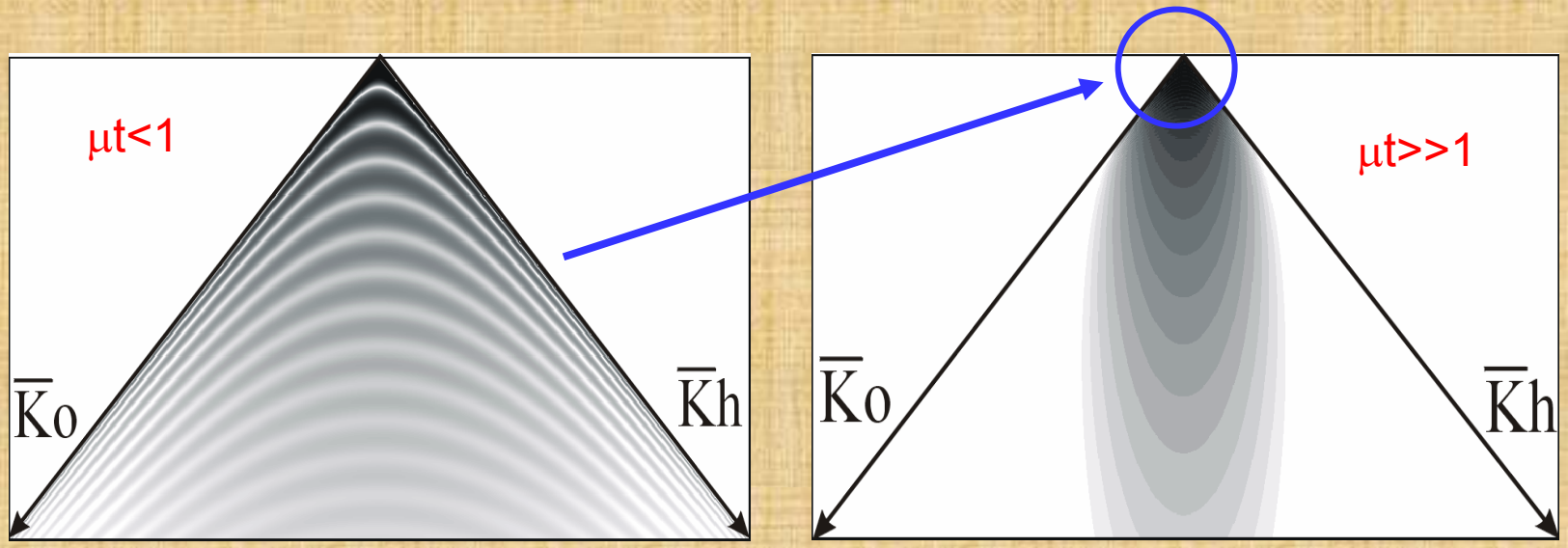
$$A = \frac{\pi t}{\Lambda}$$



$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c \cdot \sqrt{\chi_H \cdot \chi_{\bar{H}}}}$$

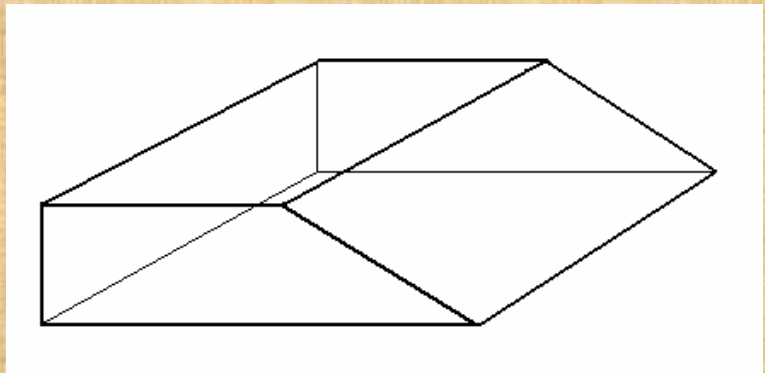


Дифракция в идеальном кристалле



- $I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2[(\pi t/\tau_R)(1+i\delta)(1-\sigma^2)^{1/2}]$
  Здесь $\tau_R = \lambda\cos\theta/C|\chi_{hr}|$ - действительная часть экстинкционной глубины, $C = |\cos 2\theta|$ – поляризационный множитель, $\delta = \chi_{hi}/\chi_{hr}$, χ_{hi} и χ_{hr} – мнимая и действительная часть ***h***-коэффициента Фурье - разложения поляризуемости кристалла, τ - экстинкционная глубина. Безразмерный параметр $\sigma = x/t\,\mathrm{tg}\,\theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1.
- $P = \mu\, t/\cos\theta$, где μ – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения
- если P>10 $\mu+\mu h$, μ_h - интерференционный коэффициент поглощения $\mu_h = \mu\, KC\varepsilon\,(1-\sigma^2)^{1/2}$, $\varepsilon = \chi_{hi}/\chi_{oi}$

Экспериментальное изображение клиновидного кристалла кремния (секционная топограмма)



Рентгеновская секционная топограмма клиновидного кристалла, излучение AgKα, отражение (220). Наблюдаются гиперболические экстинкционные полосы. Хорошо видны биения (отмечены стрелками), обусловленные присутствием двух поляризаций

Hattorio H., Kato N. J.Phys.Soc.Jap. (1966), 21, 1772-1777

ТАБЛИЦА

Установочных брегговских углов для кремния a=5,4306Å и соответствующие экстинкционные длины Λ

hkl	CuK_α $\lambda_{=1,5405Å}$			MoK_α $\lambda_{=0,7093Å}$			AgK_α $\lambda_{=0,5594Å}$		
	θ	2θ	мкм Δ	θ	2θ	мкм Δ	θ	2θ	мкм Δ
111	14,2	28,4	18,3/20,8	6,5	13,0	41,4/42,4	5,1	10,2	52,7/53,6
220	23,6	47,2	15,4/22,7	10,6	21,2	36,5/39,2	8,4	16,8	46,8/48,9
400	34,5	69,0	16,5/46,3	15,2	30,4	42,9/49,7	11,9	23,8	55,4/60,6
422	44,0	88,0		18,7	37,4	48,1/60,4	14,7	29,4	62,7/71,9
333	47,5	95,0		19,8	39,6	71,4/92,7	15,5	31,0	93,3/108,9
440	53,4	106,8	15,6/54,1	22,0	44,0	54,1/74,4	17,0	34,0	70,8/85,3
444	79,4	158,8	6,2/6,6	27,0	54,0	66,9/113,2	20,9	41,8	89,2/119,7

2) Эффект аномального прохождения рентгеновских лучей эффект Бормана

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_0}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_H''}{\chi_0''}\right)$$

$$\mu_0 = |\mathbf{K}| \cdot \chi_0'' = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_0''$$

χ_0'', χ_H''

$$\chi_H = \chi_H' + i\chi_H''$$

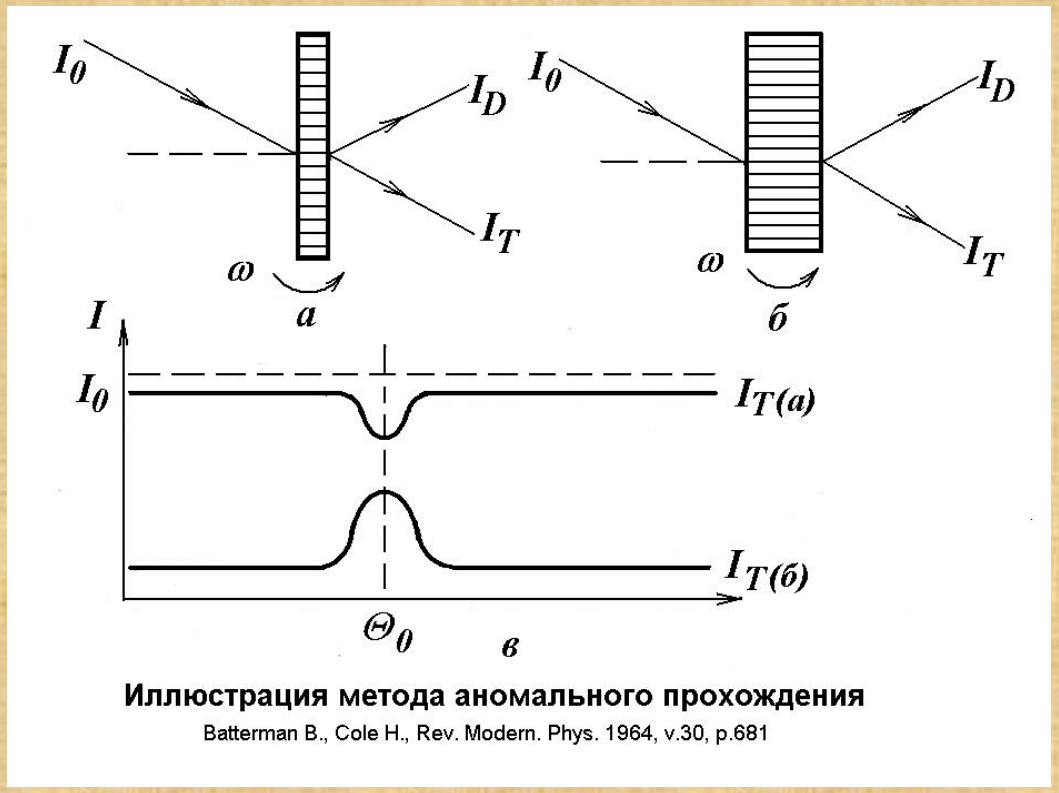
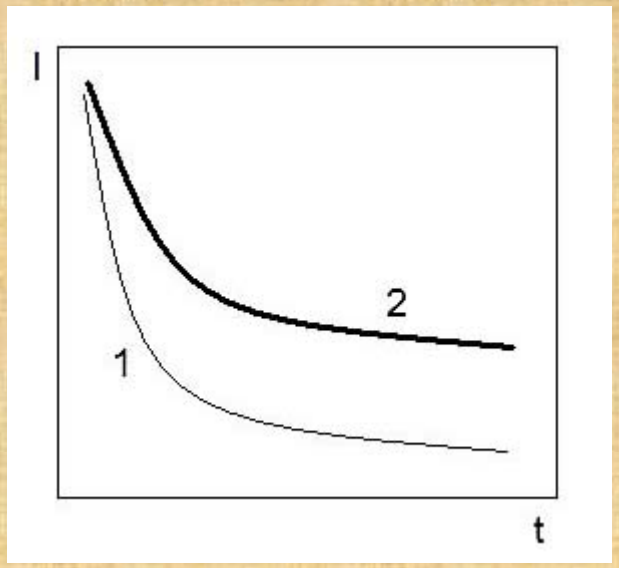


Иллюстрация метода аномального прохождения

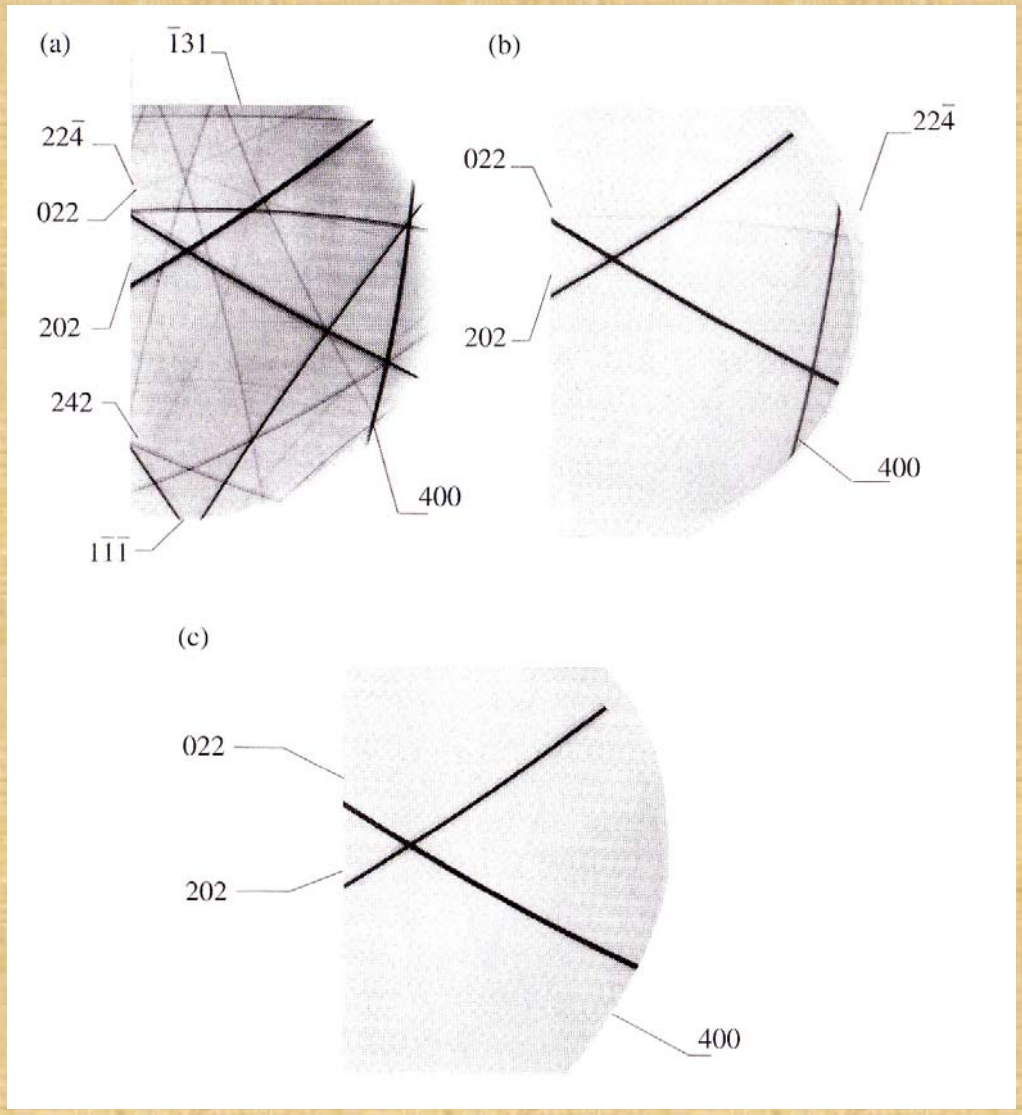
Batterman B., Cole H., Rev. Modern. Phys. 1964, v.30, p.681



1) $-\ I = I_0 e^{-\mu t}$

2) $-$ эффект $\cdot$ Бормана

Экспериментальный пример эффекта Бормана



Рентгеновские топограммы кристалла Ge полученные на излучении CuKα с фильтром Ni, отражение (220)

а) t=0,23 mm; $\mu_0 t$=8

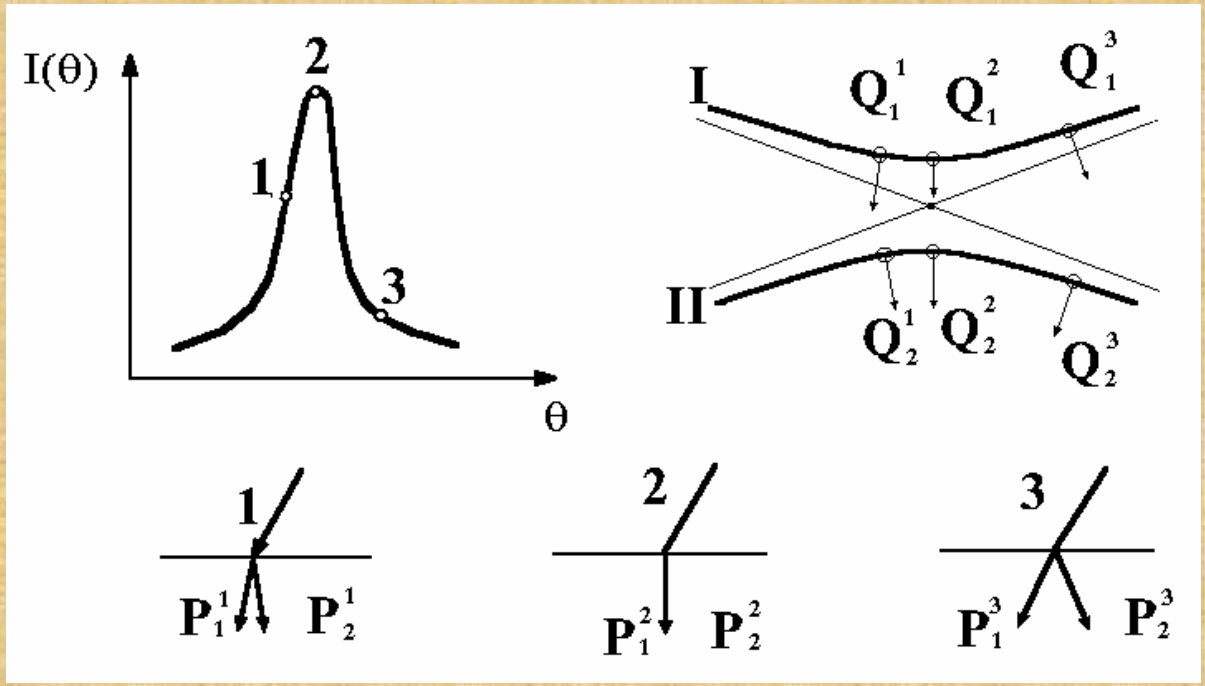
б) t=0.5 mm; $\mu_0 t$=17.5

с) t=1.2 mm; $\mu_0 t$=42

(μ_0 – нормальный коэффициент поглощения)

3) Эффект углового усиления

Незначительным по величине поворотам кристалла внутри области динамического отражения (на углы порядка единиц угловых секунд) соответствуют повороты вектора фазовой скорости блоховских волн на угол порядка 2θ внутри треугольника Бормана, т.е. при дифракции имеет место еще один чрезвычайно важный "эффект углового усиления" с коэффициентом порядка – 10^4-10^5



ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ
В КРИСТАЛЛАХ С ИСКАЖЕНИЯМИ.
УРАВНЕНИЯ ТАКАГИ - ТОПЕНА

Волновое уравнение

$$\Delta \mathbf{D} - \frac{1}{c^2} \cdot \frac{\partial^2 \mathbf{D}}{\partial t^2} + rot(rot\chi \mathbf{D}) = 0$$

Система дисперсионных уравнений
П.Эвальд, М. Лауэ (1926-1931)

$$\frac{\mathbf{K_n}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_n}^2} \cdot \mathbf{D_n} = \sum_m \chi_{n-m} \cdot (\mathbf{D_m})_n$$

Уравнения С. Такаги (1969)

$$\begin{cases} -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1} C \mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C \mathbf{D}_0 - \alpha(r) \cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot (\mathbf{H}_{hkl}, \mathbf{U}(\mathbf{r}))$$

ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ В КРИСТАЛЛАХ С ИСКАЖЕНИЯМИ. УРАВНЕНИЯ ТАКАГИ - ТОПЕНА

Характеристики среды в волновом уравнении можно учесть через функцию поляризуемости c(**r**). Будем описывать искажения кристалла в виде некоторого поля смещения **U(r)**, связанного с каким-либо дефектом, причем будем полагать, что искажения достаточно медленно меняются в пространстве, т.е. на расстояниях порядка экстинкционной длины, тогда вместо координаты **r** необходимо записать **r-U(r)**, т.е.

$$\chi(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}(\mathbf{r}-\mathbf{U}(\mathbf{r})))} = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{r})} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{U}(\mathbf{r}))}$$

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \mathbf{D}_{hkl} \cdot e^{i\{(\mathbf{K}_{hkl}\mathbf{r})-(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{r})\}}$$

Если искажения достаточно слабо меняются на расстоянии экстинкционной длины т.е. $\left|\partial u(r)/\partial r\right| << 1$, то после достаточно громоздких преобразований уравнение для случая двухволнового рассеяния, когда на сферу Эвальда попадает только два узла обратной решетки, примет вид

$$\begin{cases} -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1}C\mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C\mathbf{D}_0 - \alpha(r)\cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right)\cdot(\mathbf{H}_{hkl}, \mathbf{U}(\mathbf{r}))$$

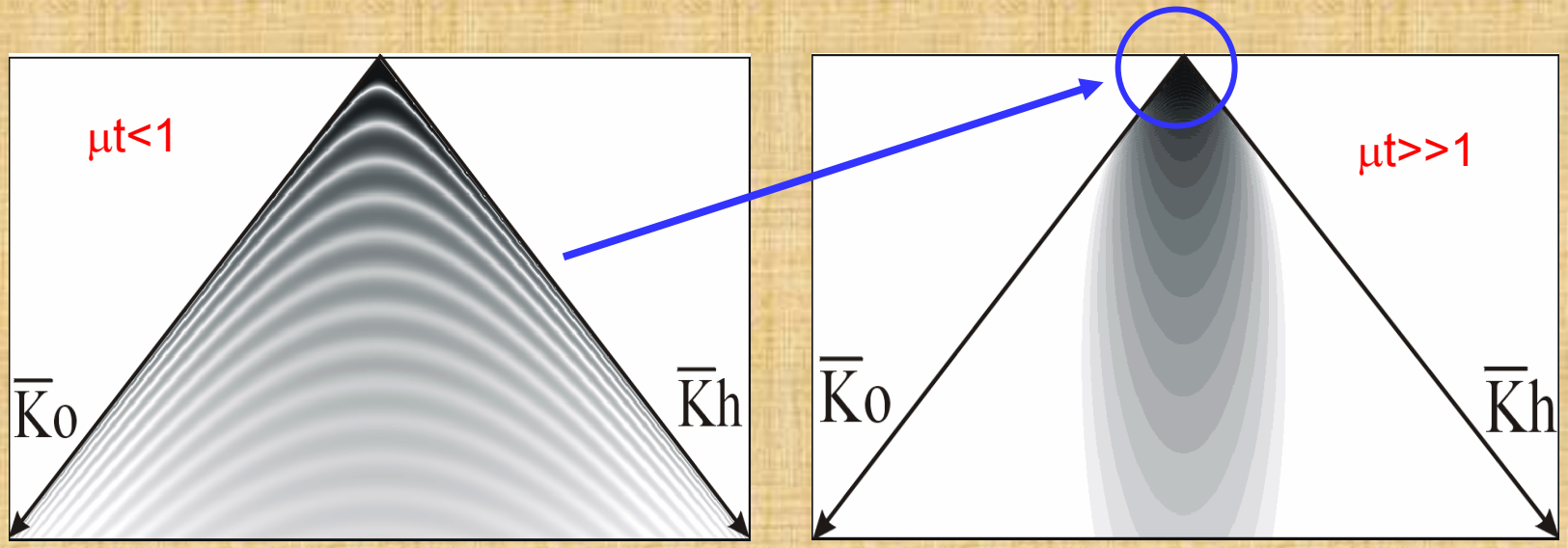
$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\alpha = -\frac{\delta d}{d}\cdot tg\theta + \delta\theta$$

функция, описывающая локальные разориентации решетки, связанные с упругим полем ***U(r)*** дефекта

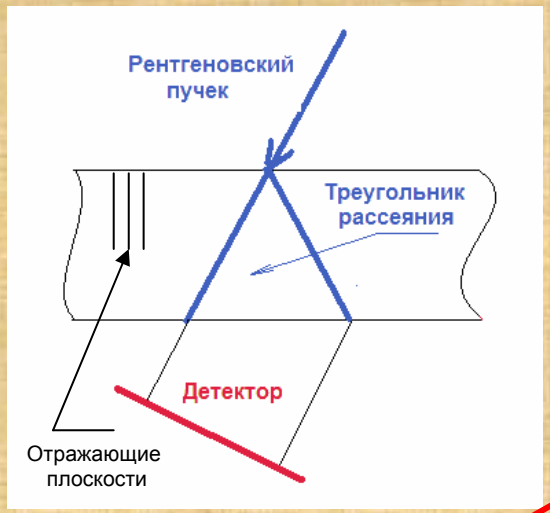
Эти уравнения получили название уравнений Токаги-Топена (1969)

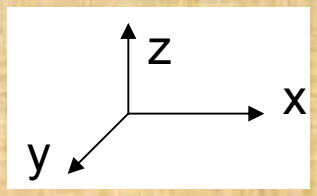
Дифракция в идеальном кристалле

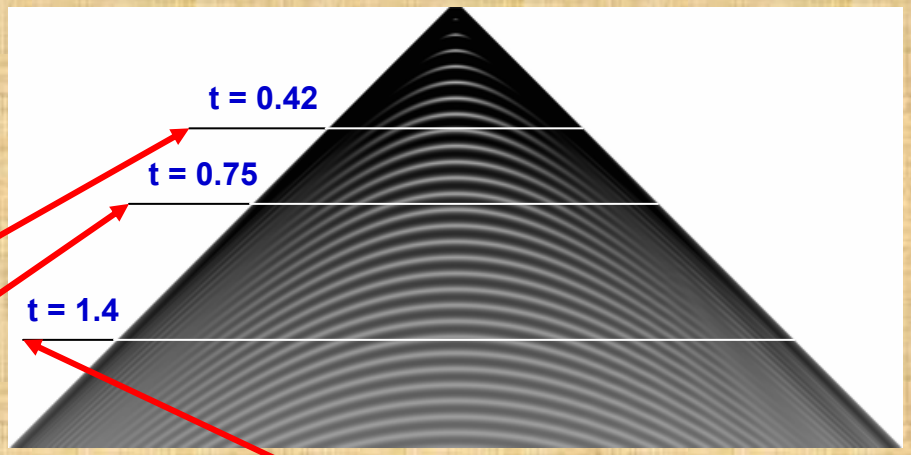


- $I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2[(\pi t/\tau_R)(1+i\delta)(1-\sigma^2)^{1/2}]$
  Здесь $\tau_R = \lambda\cos\theta/C|\chi_{hr}|$ - действительная часть экстинкционной глубины, $C = |\cos 2\theta|$ – поляризационный множитель, $\delta = \chi_{hi}/\chi_{hr}$, χ_{hi} и χ_{hr} – мнимая и действительная часть ***h***-коэффициента Фурье - разложения поляризуемости кристалла, τ - экстинкционная глубина. Безразмерный параметр $\sigma = x/t\,\mathrm{tg}\,\theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1.
- $P = \mu\, t/\cos\theta$, где μ – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения
- если P>10 $\mu+\mu h$, μ_h - интерференционный коэффициент поглощения $\mu_h = \mu\, KC\varepsilon\,(1-\sigma^2)^{1/2}$, $\varepsilon = \chi_{hi}/\chi_{oi}$

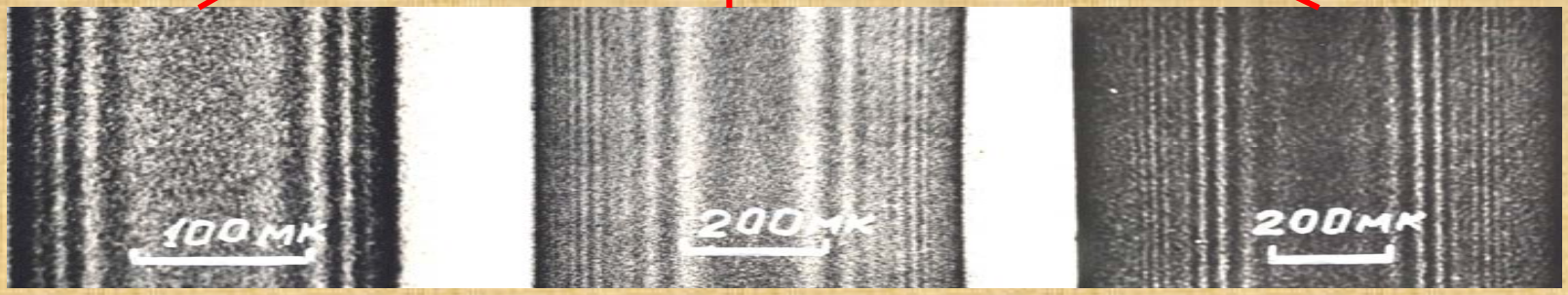
Что такое рентгеновская секционная топография?







Численное моделирование волнового поля в треугольнике рассеяния (палатке Бормана)



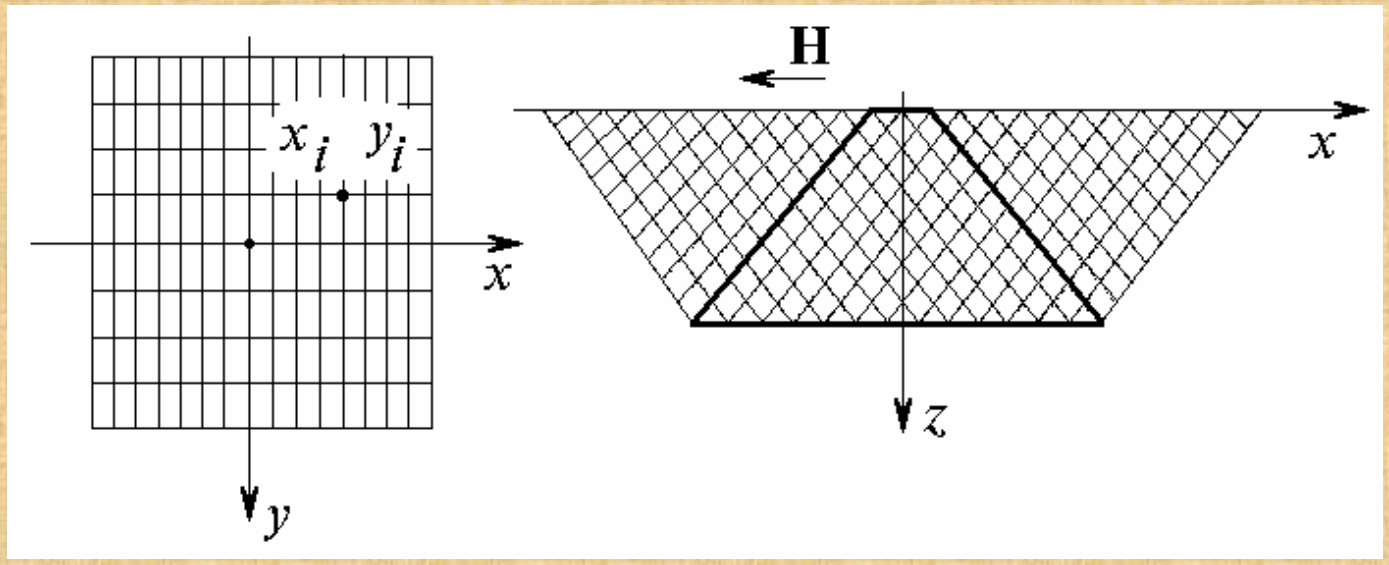
Фрагменты экспериментальных секционных топограмм совершенных монокристаллов Si с разной толщиной (t = 0.42, 0.75, 1.4 mm). На тотограммах четко видны интерференционные полосы

E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom, Phys.Stat.Sol. 26,1,385-395,1974

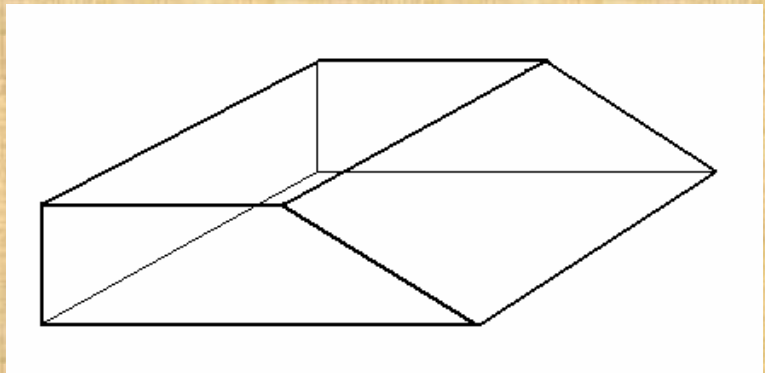
$$U(x) = \frac{1}{4\pi} \cdot \left\{ -\Omega b - \frac{1-2\nu}{1-\nu} \cdot [t \times b] \cdot ln|x| + \frac{1}{1-\nu} \cdot [t \times b] \cdot \frac{|x|}{|x|^2} x \right\}$$

Здесь Ω - телесный угол под которым из точки *R(x,y,z)* видна положительная сторона полуплоскости, границей которой является дислокация;
τ- единичный вектор, определяющий ориентацию дислокации;
ρ - вектор, определяющий кратчайшее расстояние от точки поля U до оси дислокации;
b – вектор Бюргерса; ν - коэффициент Пуассона.

$$I(x, y) = \frac{1}{2} \cdot \left[|D(x, y)|_{\sigma}^{2} + |D(x, y)|_{\pi}^{2} \right]$$



Экспериментальное изображение клиновидного кристалла кремния (секционная топограмма)



Рентгеновская секционная топограмма клиновидного кристалла, излучение AgKα, отражение (220). Наблюдаются гиперболические экстинкционные полосы. Хорошо видны биения (отмечены стрелками), обусловленные присутствием двух поляризаций

Hattorio H., Kato N. J.Phys.Soc.Jap. (1966), 21, 1772-1777

ПРИЛОЖЕНИЯ

Некоторые важные соотношения векторного анализа

$$\mathbf{a} = \mathbf{i}a_x + \mathbf{j}a_y + \mathbf{k}a_z$$

$$\mathbf{b} = \mathbf{i}b_x + \mathbf{j}b_y + \mathbf{k}b_z$$

произвольные вектора **a** и **b**

$$(\mathbf{ab}) = a_x b_x + a_y b_y + a_z b_z$$

скалярное произведение векторов

$\mathbf{a} \perp \mathbf{b}$

$(\mathbf{a}, \mathbf{b}) \equiv 0$

$$[\mathbf{ab}] = \begin{vmatrix} \mathbf{i} & \mathbf{j} & \mathbf{k} \\ a_x & a_y & a_z \\ b_x & b_y & b_z \end{vmatrix}$$

векторное произведение векторов

$\mathbf{a} \parallel \mathbf{b}$

$[\mathbf{ab}] \equiv \mathbf{0}$

$$\mathbf{abc} = \begin{vmatrix} a_x & a_y & a_z \\ b_x & b_y & b_z \\ c_x & c_y & c_z \end{vmatrix}$$

смешанное произведение векторов

$V = abc$

$U(\mathbf{r})$ скалярное поле векторного аргумента

$\mathbf{V}(\mathbf{r})$ векторное поле векторного аргумента

$$\mathbf{grad}\,U(\mathbf{r}) = \mathbf{i}\frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial x} + \mathbf{j}\frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial y} + \boldsymbol{\kappa}\frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial z}$$

Градиент скалярного поля

$$div\,\mathbf{V}(\mathbf{r}) = \frac{\partial V_x}{\partial x} + \frac{\partial V_y}{\partial y} + \frac{\partial V_z}{\partial z}$$

Дивергенция векторного поля

$$\nabla = \mathbf{i}\frac{\partial}{\partial x} + \mathbf{j}\frac{\partial}{\partial y} + \mathbf{k}\frac{\partial}{\partial z}$$

оператор Гамильтона

$$\Delta = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$$

оператор Лапласа

$$\nabla U(\mathbf{r}) = \mathbf{grad}\,U(\mathbf{r})$$

$$\left(\nabla \mathbf{V}(\mathbf{r})\right) = div\,\mathbf{V}(\mathbf{r})$$

$$\nabla \times \mathbf{V}(\mathbf{r}) = \mathbf{rot}\,\mathbf{V}(\mathbf{r})$$

$$rot\,\mathbf{V}(\mathbf{r}) = \begin{vmatrix} \mathbf{i} & \mathbf{j} & \mathbf{k} \\ \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \\ V_x & V_y & V_z \end{vmatrix}$$

$$div\left(\mathbf{rot}\,\mathbf{V}(\mathbf{r})\right) \equiv 0$$

$$\mathbf{rot}\left(\mathbf{grad}\,U(\mathbf{r})\right) \equiv 0$$

$$\psi(x,t) = f_1(x-ut) + f_2(x+ut)$$ → общее выражение волнового возмущения

$$\psi(x,y,z,t) = \psi(\mathbf{r},t) = Ae^{i\mathbf{k}(\mathbf{r}-\mathbf{u}t)}$$ → плоская волна

$$\varphi(\mathbf{r},t) = \frac{A}{r}\cdot e^{i\mathbf{k}(\mathbf{r}-\mathbf{u}t)}$$ → сферическая волна

$$\Delta\psi(\mathbf{r}) - \frac{1}{u^2}\frac{\partial^2\psi(\mathbf{r})}{\partial t^2} = 0$$ → Однородное волновое уравнение

$$\mathrm{I}(\mathbf{r},t) = \psi(\mathbf{r},t)\cdot\psi(\mathbf{r},t)^*$$ → Интенсивность волны

$$U(\mathbf{r},t) = Ae^{i(\omega t-\mathbf{kr})}$$

$$\Delta U(\mathbf{r},t) = -k^2U(\mathbf{r},t)$$

$$\frac{\partial^2U(r,t)}{\partial t^2} = -\omega^2U(r,t)$$

$$\left.\begin{aligned} e^{\pm ix} &= \cos x \pm i \sin x \\ \sin x &= \frac{e^{ix} - e^{-ix}}{2i} \\ \cos x &= \frac{e^{ix} + e^{-ix}}{2} \end{aligned}\right\}$$

Формулы Эйлера

$$\left.\begin{aligned} 2\sin^2 \frac{\alpha}{2} &= 1 - \cos\alpha \\ 2\cos^2 \frac{\alpha}{2} &= 1 + \cos\alpha \end{aligned}\right\}$$

$$(1+\alpha)^2 \approx 1 + 2\alpha \Leftarrow \alpha \ll 1$$

$$\frac{1}{(1+\alpha)^n} = 1 - n\alpha$$

$a_1, a_{2,} .....a_n = a_1, a_1 \cdot q^1, ...a_1 \cdot q^{n-1} - геометрическая \cdot прогрессия$

$если \cdot q \le 1 - знаменатель \cdot прогрессии$

$$S_n = a_1 + a_2 + ... + a_n = \frac{a_1\left(1 - q^n\right)}{1 - q} - сумма \cdot n \cdot членов \cdot геометрической \cdot прогрессии$$

1. Authier A., Dynamical Theory of X-Ray Diffraction, Oxford: Science Publications, 734 P, (2001)
2. Р.Джеймс, Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, Москва, ИЛ, 1950, с.572
3. В.И.Иверонова, Г.П.Ревкевич, Теория рассеяния ренгеновских лучей, Москва, *МГУ,* 1978, с.278
З.Г.Пинскер, Рентгеновская кристаллооптика, Москва, Наука, 1982, с.390
4. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуковский, Пробпема изображения в рентгеновской оптике, УФН, 107, 2, 2292265, (1972)
5. П.Хирш, А.Хови, Р.Николсон, Д.Пэшли, М.Уэлан Электронная микроскопия тонких кристаллов, Москва, МИР, 1968
6. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении, под редакцией С.Амелинкса, 1984, с.502
Москва, Металлургия, 1989, с.502

Введение в физику дифракции

1. Основы кинематической теории рассеяния

РАССЕЯНИЕ

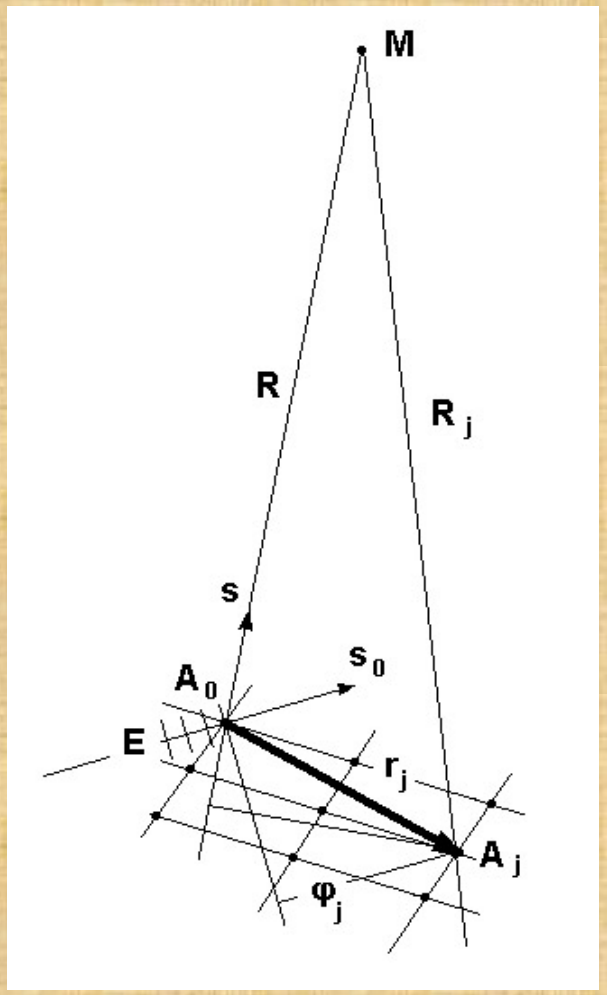
В НЕУПОРЯДОЧЕННЫХ СИСТЕМАХ

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

$$\mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}(t)\cdot\sum_{m=0}^{N}\sum_{n=0}^{N}\sum_{p=0}^{N} e^{ik\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),(\mathbf{a}m+\mathbf{b}n+\mathbf{c}p)\right]} = \mathbf{E}(t)\cdot \mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0)$$



$$I = \left(\frac{\mathbf{E}}{R}\right)^2 \cdot \prod_{a,b,c}^{3} \frac{\sin^2(N\Psi_a)}{\sin^2(\Psi_a)}$$

Положения главных максимумов

$$\begin{cases} \Psi_1 = \dfrac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}\right] = \pi h, \\ \Psi_2 = \dfrac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{b}\right] = \pi k, \\ \Psi_3 = \dfrac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{c}\right] = \pi l \end{cases}$$

$$\mathbf{s}-\mathbf{s}_0 / \lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K}-\mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$

hkl – целые числа

Интенсивность дифракционных линий

$$I = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H}) \cdot \mathrm{F}^2(\mathbf{H}, \mathbf{r_m}) = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H}) \cdot \mathrm{F}^2(h,k,l,r_m)$$

$$\mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]} = \prod_{a,b,c}^{3} \frac{\sin(\mathrm{N}\psi_a)}{\sin(\psi_a)}$$

- Функция Лауэ

$$\psi_a = \frac{k}{2}[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]$$

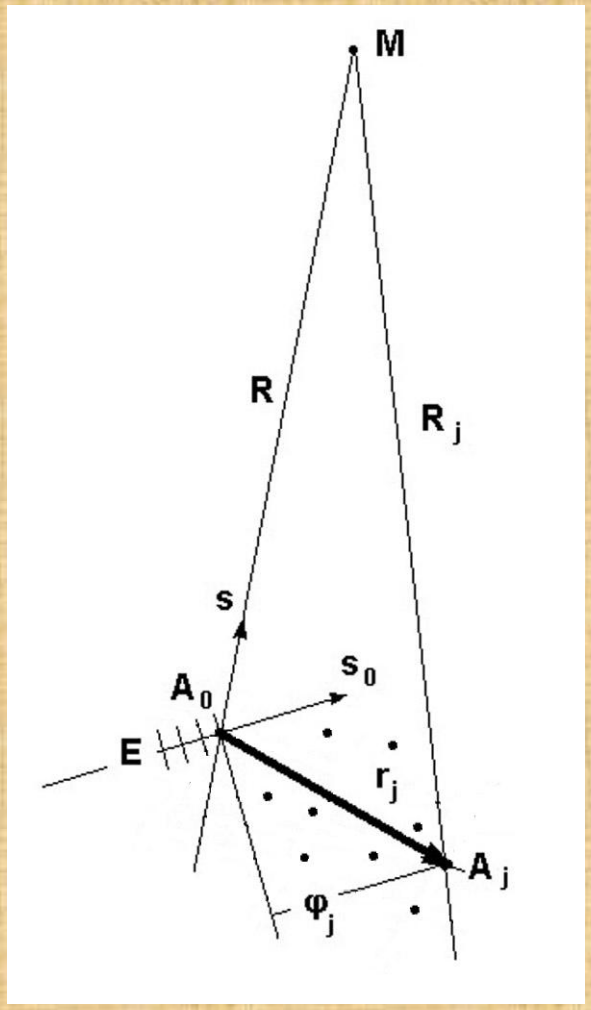
$$\mathrm{F}(hkl) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i(u_m h + v_m k + w_m l)}$$

- Структурная амплитуда

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V} \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

-функция распределения электронной Плотности в элементарной ячейке

РАССЕЯНИЕ НА СЛУЧАЙНОМ СКОПЛЕНИИ РАССЕИВАЮЩИХ ЦЕНТРОВ



$$\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \ldots \mathbf{r}_j, \ldots \mathbf{r}_N$$

-Мгновенные значения
-координат частиц

~~$\mathbf{r}_j = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$~~

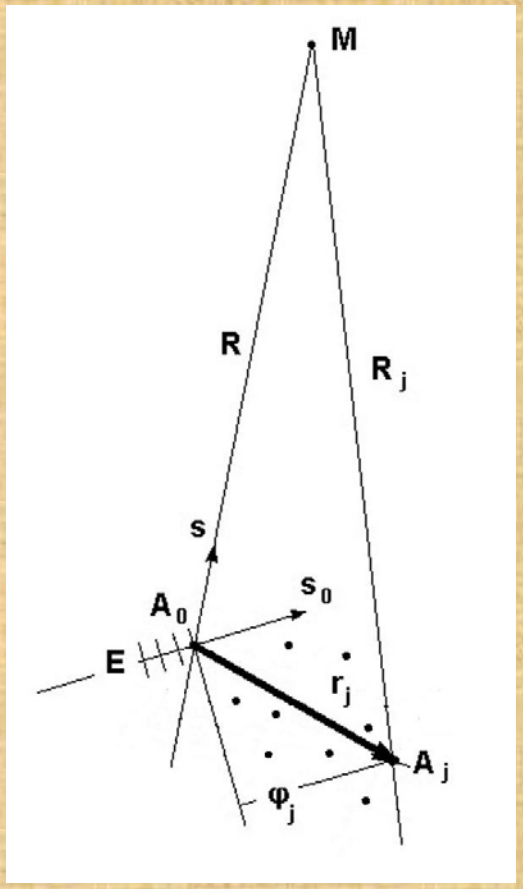
$f_1, f_2, \ldots f_j, \ldots f_N$ *N* атомов, $\mathbf{s_0}, \mathbf{s}$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot \sum_{j=1}^{N} f_j \cdot e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}, \mathbf{r}_j)}$$

$$k\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}\right) = \mathbf{K} - \mathbf{K_0} = \mathbf{S}$$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot \sum_{j=1}^{N} f_j \cdot e^{i(\mathbf{S}, \mathbf{r}_j)}$$

- Мгновенное значение рассеянной амплитуды



$$I(\mathbf{H}) = |\mathbf{E}| \cdot |\mathbf{E}^*|$$

Мгновенное значение рассеянной интенсивности

$$I(\mathbf{H}) = E_0^{\,2} \cdot \sum_{j}^{N} \sum_{j'}^{N} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j)} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{j'})} =$$

$$= E_0^{\,2} \cdot \sum_{j}^{N} \sum_{j'}^{N} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j - \mathbf{r}_{j'})} =$$

$$= E_0^{\,2} \cdot \sum_{j}^{N} \sum_{j'}^{N} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})}$$

$$\mathbf{r}_{jj'} = \mathbf{r}_j - \mathbf{r}_{j'}$$

Так как в общем случае мы не всегда можем знать мгновенные значения координат всех рассеивающих центров, эта величина не имеет особого смысла. Можно определить среднее значение рассеянной интенсивности.

Из полученной суммы можно выделить члены описывающие частицы с одинаковыми индексами и тогда выражение для интенсивности может быть записано в виде

$$I(\mathbf{S}) = E_0^{\,2} \cdot \left[\sum_{j \neq j'} f_j + \sum_{j} \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)} \right]$$

Определим среднее значение рассеянной интенсивности

$$\overline{I(\mathbf{S})} = E_0^{\,2} \cdot \left[\sum_{j \neq j'} f_j + \sum_{j} \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot \overline{e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}} \right]$$

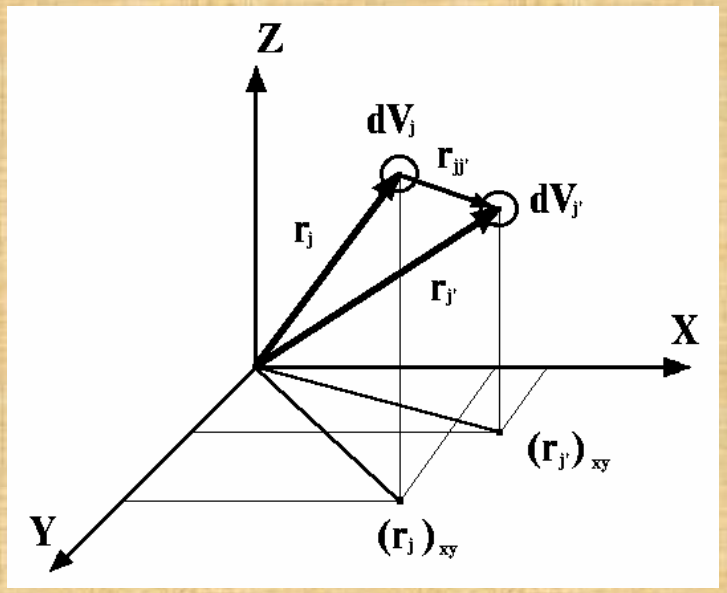
$$\overline{e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}} = \int e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)} \cdot W\left(\mathbf{r}_{jj'}\right) d\mathbf{r}_{jj'}$$

-среднее значение фазового множителя

$W(\mathbf{r}_{jj'})$

-вероятность распределения значений вектора $\mathbf{r}_{jj'}$ т.е. функция распределения вероятности межатомных расстояний

РАДИАЛЬНАЯ ФУНКЦИЯ МЕЖАТОМНЫХ РАССТОЯНИЙ



$$j_1, j_2, \cdots j_N \qquad V$$

$$dV_j, dV_{j'}, \mathbf{r}_j, \mathbf{r}_{j'}$$

Если частицы не зваимодействуют друг с другом

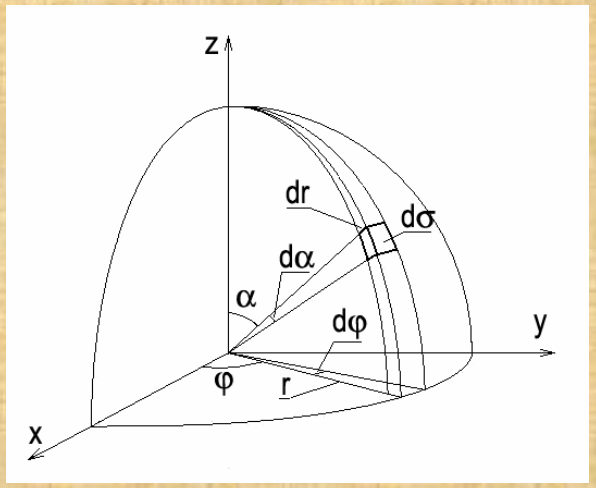
$$dP(\mathbf{r}_j, \mathbf{r}_{j'}) = \frac{dV_j}{V} \cdot \frac{dV_{j'}}{V}$$

В случае взаимодействия частиц
картина усложняется

$$dP(\mathbf{r}_{jj'}) = W(\mathbf{r}_{jj'}) \cdot \frac{dV_j \cdot dV_{j'}}{V^2}$$

$$W(\mathbf{r}_j, \mathbf{r}_{j'}) = W(\mathbf{r}_{jj'}) = W(\mathbf{r}_j - \mathbf{r}_{j'}) = W(\mathbf{r})$$

Эта функция получила название
распределения вероятности межатомных расстояний



$$dP(\mathbf{r}) = W(\mathbf{r}) \cdot \frac{4\pi r^2 dr}{V}$$

$$\int_V dP(\mathbf{r}) = 1$$

$$\frac{1}{V} \cdot \int_V W(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr = 1$$

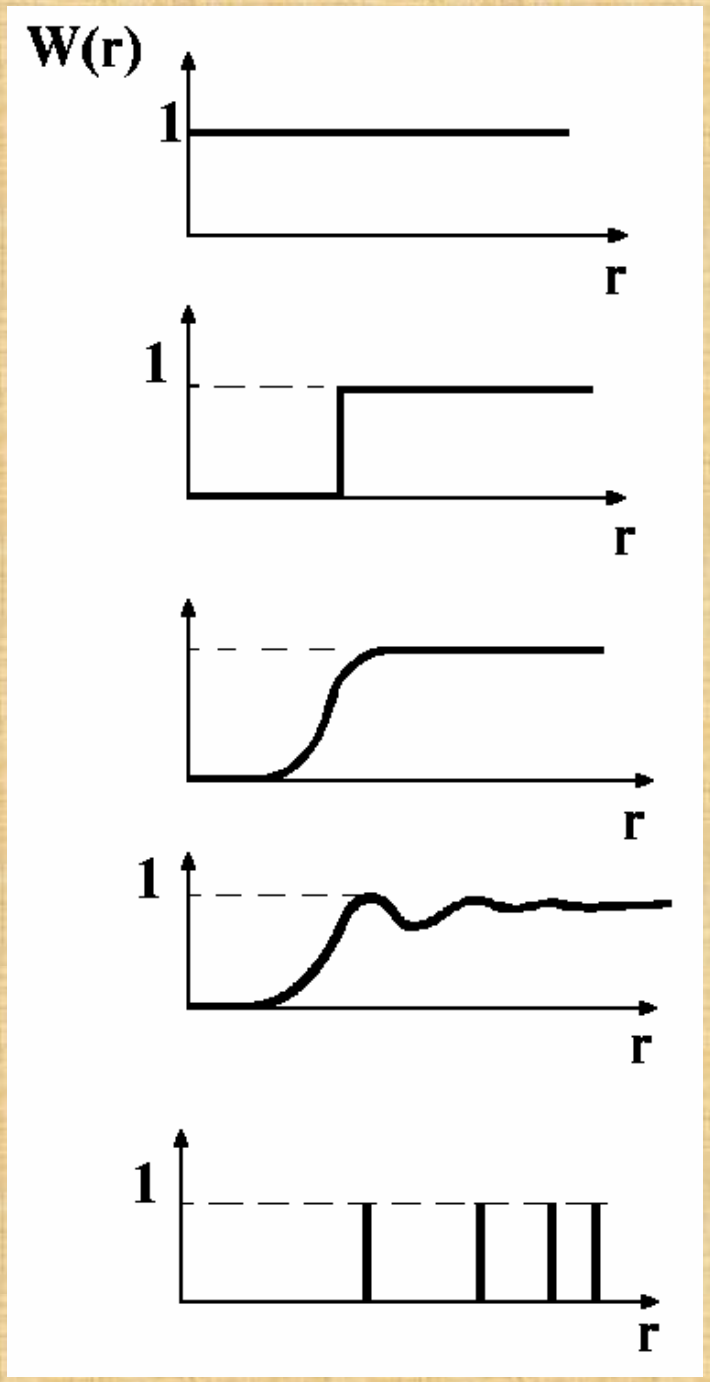
$\rho(r)$

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{dN}{4\pi r^2 dr}$$

$$dN = \rho(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr$$

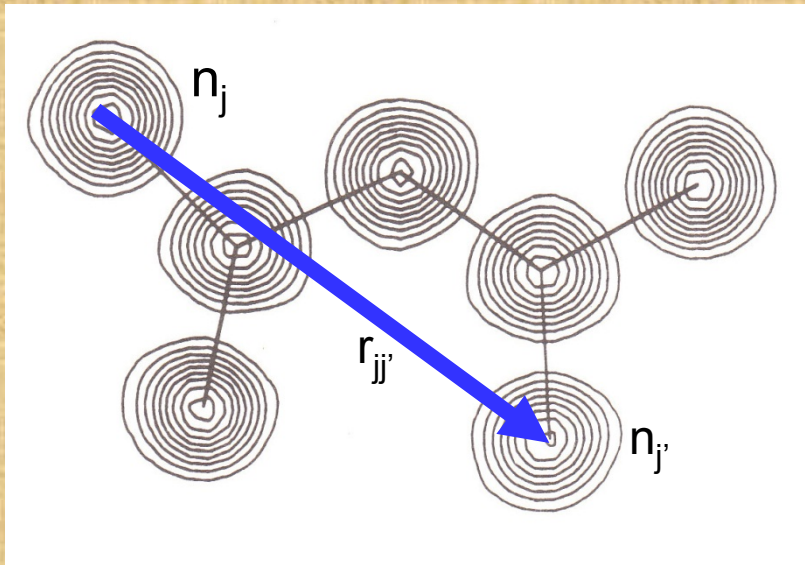
$$\int_V dN = \int_r \rho(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr$$

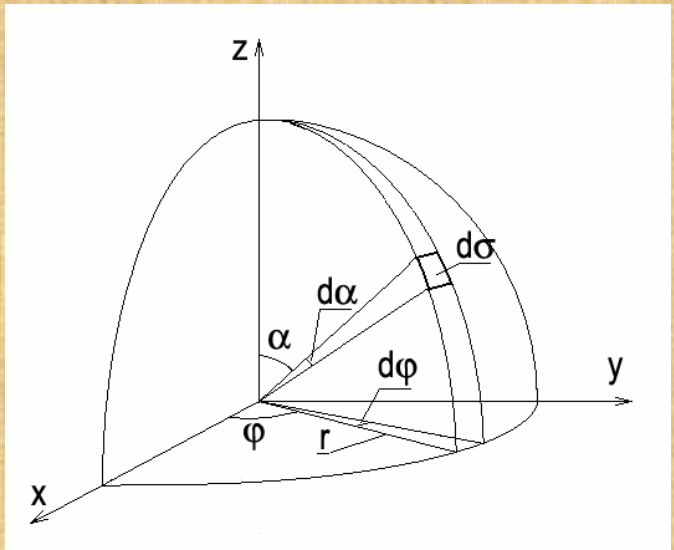
$$W(\mathbf{r}) = \frac{V}{N} \cdot \rho(\mathbf{r})$$



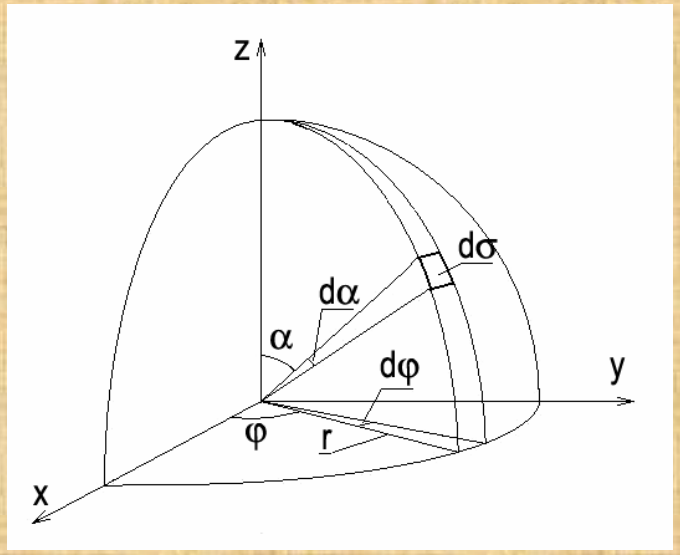
Схематический вид радиальной функции распределения межатомных расстояний W(r) для простейших случаев разреженных газов, жидкостей, кристаллов:
а) - невзаимодействующие частици, имеющие нулевой объем;
б) - несжимаемые частицы с радиусом r, причем взаимодействие между ними отсутствует, частицы не могут приблизиться к началу координат ближе, чем на расстояние 2r;
в) - сжимаемые частицы, граница в области 2r размывается
г) - для жидкостей;
д) - кристаллы

РАССЕЯНИЕ НА МОЛЕКУЛАХ РАЗРЕЖЕННОГО ГАЗА УРАВНЕНИЕ ДЕБАЯ





Рассмотрим газ, содержащий *N* одинаковых молекул, каждая из которых состоит из *n* атомов различного сорта. Рассуждения останутся справедливы и для большого количества маленьких кристаллов случайным образом ориентированных в пространстве (идеальный порошок). Если давление газа мало, и взаимодействием между молекулами можно пренебречь, то за конечный промежуток времени все ориентации молекул будут встречаться одинаково часто. Такие системы получили название идеально неупорядоченных. Поэтому, чтобы получить полную интенсивность рассеяния в таком газе, необходимо определить среднее значение интенсивности рассеянное одной молекулой и затем умножить его на число молекул *N* в объеме.

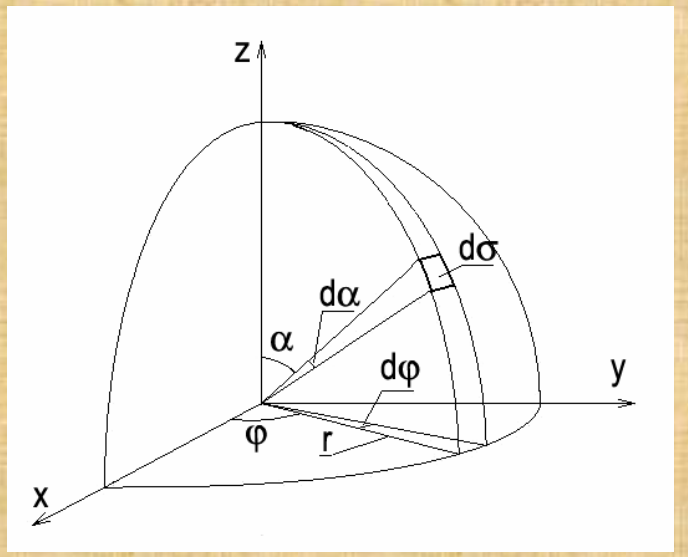


$$I(\mathbf{S}) = \sum_{j}^{n}\sum_{j'}^{n} f_j f_{j'} \cdot e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}$$

мгновенное значение интенсивности рассеянное одной частицы

$$\overline{I(\mathbf{S})} = \sum_{j}^{n}\sum_{j'}^{n} f_j f_{j'} \cdot \overline{e^{i\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}}$$

среднее значение интенсивности рассеянное одной молекулой



Для вычисления среднего значения *I*(**H**) по всем возможным ориентациям этой молекулы рассмотрим два ее положения с индексами *j* и *j'*. Введем полярные пространственные координаты *r*, α, φ как показано на рис, причем пусть частица n_j располагается в начале координат. Тогда вероятность того, что частица с $n_{j'}$, или, что тоже самое, конец вектора $r_{jj'}$ попадет на элемент поверхности *d*σ, будет

$$W\left(\mathbf{r}_{jj'}\right)=\frac{d\sigma}{\sigma}=\frac{r_{jj'}\sin\alpha\cdot d\alpha\cdot r_{jj'}d\varphi}{4\pi r_{jj'}{}^{2}}$$

$$\overline{I(\mathbf{S})}=\sum_{j}^{n}\sum_{j'}^{n}f_j f_{j'}\cdot\int_0^{2\pi}\int_0^{\pi}e^{i\left(\mathbf{s},\mathbf{r}_{jj'}\right)}\cdot\frac{\sin\alpha\cdot d\alpha\cdot d\varphi}{4\pi}$$

$$\overline{I(\mathbf{S})}=N\cdot\sum_{j}^{n}\sum_{j'}^{n}f_j f_{j'}\cdot\frac{\sin\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}{\left(\mathbf{S},\mathbf{r}_{jj'}\right)}$$

Это соотношение получило название уравнения **Дебая**

Интегралы типа $\int e^{ia\cos x}\cdot\sin x\cdot dx$ часто встречается в теории дифракции. Поэтому мы проведем его подробное вычисление

$$\int_0^{2\pi} d\varphi\cdot\int_0^{\pi} e^{i\left(\mathbf{s},\mathbf{r}_{jj'}\right)}\cdot\frac{\sin\alpha\cdot d\alpha}{4\pi}=\frac{1}{4\pi}\int_{\pi}^{0} e^{iSr_{jj'}\cos\alpha}\,d\left(\cos\alpha\right)=$$

$$=2\pi\cdot\frac{1}{4\pi}\cdot\frac{1}{iSr_{jj'}}\cdot e^{iSr_{jj'}\cos\alpha}\Bigg|_{\pi}^{0}=\frac{1}{2iSr_{jj'}}\cdot\left(e^{iSr_{jj'}}-e^{-iSr_{jj'}}\right)=$$

$$=\frac{1}{2iSr_{jj'}}\cdot\left[\cos\left(iSr_{jj'}\right)+i\sin\left(iSr_{jj'}\right)-\cos\left(iSr_{jj'}\right)+i\sin\left(iSr_{jj'}\right)\right]=$$

$$=\frac{1}{2iSr_{jj'}}\cdot 2i\sin\left(Sr_{jj'}\right)=\frac{\sin\left(Sr_{jj'}\right)}{Sr_{jj'}}$$

$$e^{\pm ix}=\cos x\pm i\sin x$$

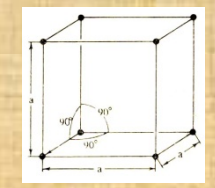
$$\overline{I(\mathbf{S})} = N \cdot \sum_{j}^{N} \sum_{j'}^{N} f_j f_{j'} \cdot \frac{\sin\left(\mathbf{S}, \mathbf{r}_{jj'}\right)}{\left(\mathbf{S}, \mathbf{r}_{jj'}\right)}$$

Это выражение получило название уравнение Дебая по имени автора. Оно описывает распределение интенсивности, рассеянное не взаимодействующими молекулами газа.

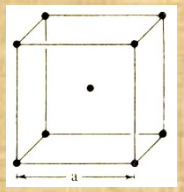
Полученное уравнение было применено Дебаем для мелкокристаллических порошков (поликристаллов), где каждая частичка является маленьким кристаллом и все их ориентации в пространстве равновероятны. Ясно, что проведенные выше рассуждения в этом случае так же останутся в силе. Можно показать, что уравнение Дебая после несложных преобразований переходит в обычную функцию Лауэ.

Рентгенограммы полученные с порошковых образцов (рентгенограммы Дебая-Шерера)

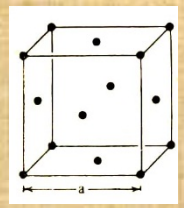
Примитивная кубическая решетка - ReO_3



Объемоцентрированная кубическая решетка – порошек W



Гранецентрированная кубическая решетка - Ni



$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k+l = 2n+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k+l = 2n \end{cases}$$

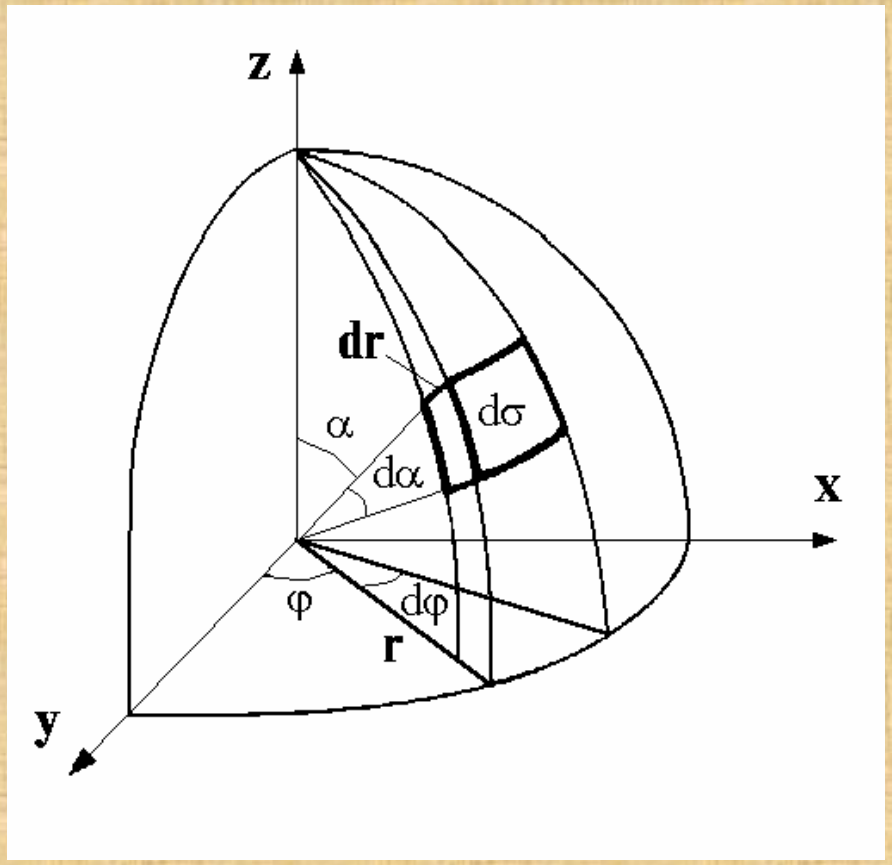
Правило погасаний рефлексов для объемоцентрированной кубической решетки

$$F = \begin{cases} 4f, \cdot если \cdot hkl \cdot - \cdot 2n+1 \cdot или \cdot 2n \\ 0, \cdot если \cdot hkl \cdot смешанной \cdot четности \end{cases}$$

Правило погасаний рефлексов для гранецентрированной кубической решетки

АТОМНЫЙ ФАКТОР РАССЕЯНИЯ

Рассеяние рентгеновских лучей на электронах в атомах



$$I_e = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}\right)$$

$$I(\mathbf{S}) = I_e(\mathbf{S}) \cdot f^2(\theta,\lambda)$$

$$k(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}) = \mathbf{K}-\mathbf{K_0} = \mathbf{S}$$

$$|\mathbf{E}(\mathbf{S})| = |\mathbf{E}_e(\mathbf{S})| \cdot f(\theta,\lambda)$$

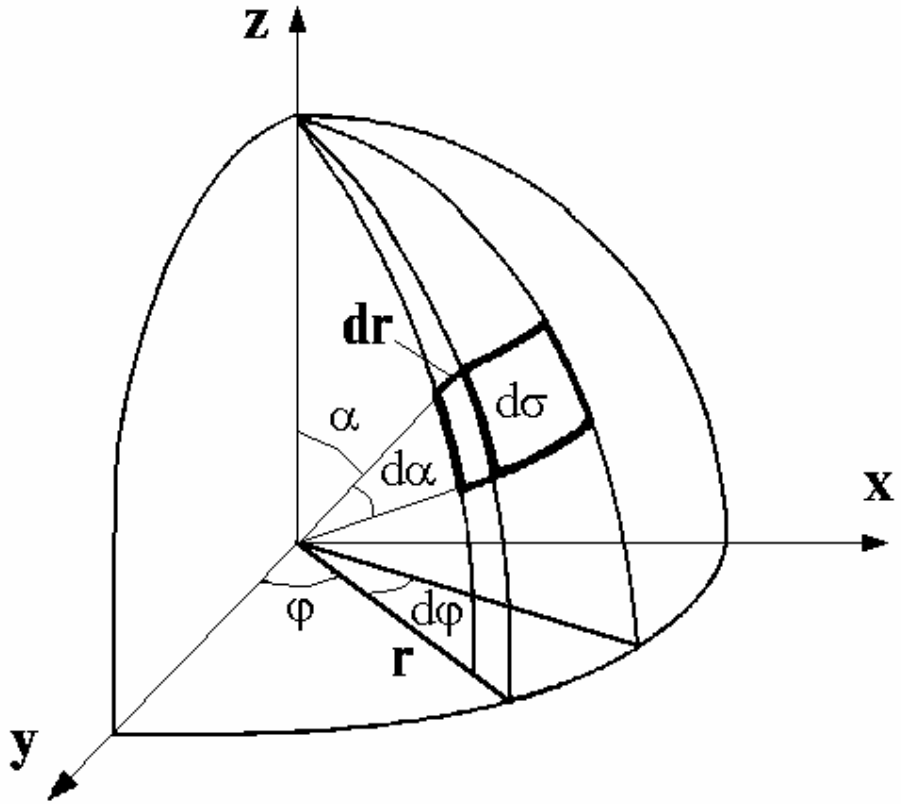
$$f(\theta,\lambda) = \frac{|\mathbf{E}(\mathbf{S})|}{|\mathbf{E_e}(\mathbf{S})|}$$

$$\rho(\mathbf{r})$$

$$z = \int_0^\infty \rho(r)dr$$

Здесь z – число электронов в атоме

Будем для простоты расчетов считать распределение электронов в атоме сферически симметричной функцией. Тогда можно записать.



Пусть падающий пучок направлен вдоль оси X

Рассчитаем интенсивность рассеянную элементом объема

$$dv = d\sigma \cdot dr =$$

$$= r \cdot d\varphi \cdot r\sin\alpha \cdot d\alpha \cdot dr$$

$$\Delta\varphi = k\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0, r\right) =$$

$$= k \cdot 2\sin\theta \cdot r\cos\alpha = S \cdot r \cdot \cos\alpha$$

$$k\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0\right) = 2k \cdot \sin\theta = 4\pi \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda} = \mathrm{S}$$

$\mathbf{s}_0, \mathbf{s}$

-определяют направления падающего и рассеянного пучков

Амплитуда воны рассеянная элементом объема dv будет записана в виде

$$d\mathbf{E} = \mathbf{E}_e \cdot \rho(\mathbf{r})\, dv \cdot e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r})} = \mathbf{E}_e \cdot \rho(\mathbf{r})\, dv \cdot e^{ik(\mathbf{S},\mathbf{r})}$$

$$|\mathbf{E}| = |\mathbf{E}_e| \cdot \int_V \rho(r) \cdot e^{iSr\cos\alpha}\, dv =$$

$$= |\mathbf{E}_e| \cdot \int_\varphi d\varphi \int_r \rho(r) \cdot r^2 dr \int_\alpha e^{iS\cos\alpha} \sin\alpha \cdot d\alpha$$

Интеграл типа $\int e^{ia\cos x} \cdot \sin x \cdot dx$ нам уже знаком по предыдущему разделу

$$\int e^{ia\cos x} \cdot \sin x \cdot dx = \frac{\sin(ax)}{ax}$$

Интегрирование по α, φ и r приводит к выражению

$$|\mathbf{E}| = |\mathbf{E}_e| \cdot \int_0^{\infty} 4\pi r^2 \cdot \rho(r) \cdot \frac{\sin(Sr)}{Sr} \cdot dr$$

$$|\mathbf{E}(\mathbf{S})| = |\mathbf{E}_e(\mathbf{S})| \cdot f(\theta, \lambda)$$

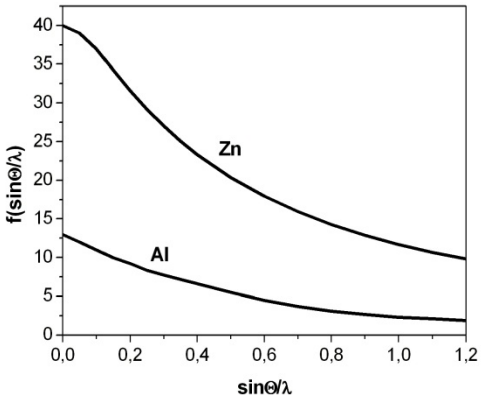
$$f(\sin\theta/\lambda) = \int_0^{\infty} 4\pi r^2 \rho(r) \cdot \frac{\sin(Sr)}{Sr} \cdot dr$$

$$S \to 0$$

$$\frac{\sin(Sr)}{Sr} = 1$$

$$S = 4\pi \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda} \to \infty$$

$$f(\sin\theta/\lambda) \to 0$$



Вид зависимости атомной функции рассеяния от $\sin\theta/\lambda$ *для нейтральных атомов Zn и Al. (*$Z_{Zn}=40$; $Z_{Al}=13$*).*

Оценки, сделанные выше, выполнены при условии, что электроны в атоме практически свободны и уравнение движения электрона можно записать в виде $m\ddot{r} = eE$ **. Реальная ситуация сложнее - электроны в атомах движутся по своим орбитам и имеют собственные частоты колебаний и, следовательно необходимо рассматривать задачу движения связанного электрона под действием внешней периодической возмущающей силы при движении электрона т.е.** $m\ddot{\mathbf{r}} + \omega_0{}^2\mathbf{r} = e\mathbf{E}$ **И это еще не все. Необходимо также учесть затухание при движении электронов. Тогда полное уравнение движения будет иметь вид** $m\ddot{\mathbf{r}} + k\dot{\mathbf{r}} + \omega_0{}^2\mathbf{r} = e\mathbf{E}$ **. В этом случае амплитуда волны, рассеянной на связанном электроне, может быть записана в виде**

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^{\mathbf{e}} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_0{}^2 - ik\omega}$$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^{e} \cdot \sum_n \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_{0n}{}^2 - ik\omega}$$

Из написанного соотношения видно, что, во-первых, амплитуда рассеяния представляется комплексным числом и, следовательно, появляется дополнительное поглощение вблизи собственных резонансных частот, а, во-вторых, - амплитуда сильно зависит от частоты падающей волны, т.е. имеется дисперсия. Корректный учет этих поправок проведен в работах Лоренца.

Если длина волны падающего излучения достаточно далека от края полосы поглощения, атомный фактор попросту равен f_0 . Однако при приближении длины волны падающего излучения к краю полосы поглощения атомный фактор становится комплексной величиной и его следует записать в виде $f = f_0 + \Delta f' + i\Delta f''$ где f_0 является атомной функцией рассеяния, полученной в предположении свободных электронов атома, а $\Delta f'$ и $\Delta f''$ - дисперсионные поправки, первая из которых учитывает дополнительное рассеяние для случая связанных электронов, а вторая - дополнительное поглощение вблизи собственных частот колебаний электронов в атоме. Дисперсионные поправки зависят от длины волны и практически не зависят от $\sin/\theta$. А так как уменьшается с ростом угла рассеяния, дисперсионные поправки начинают играть возрастающую роль при больших углах рассеяния.

Функции атомного рассеяния для случая свободных электронов в атоме в зависимости от величины $\sin\theta / \lambda$ и соответствующие дисперсионные поправки в зависимости от длины волны для всех элементов таблицы Менделеева приводятся обычно в виде таблиц. Наиболее точные значения этих величин даны в интернациональных таблицах.

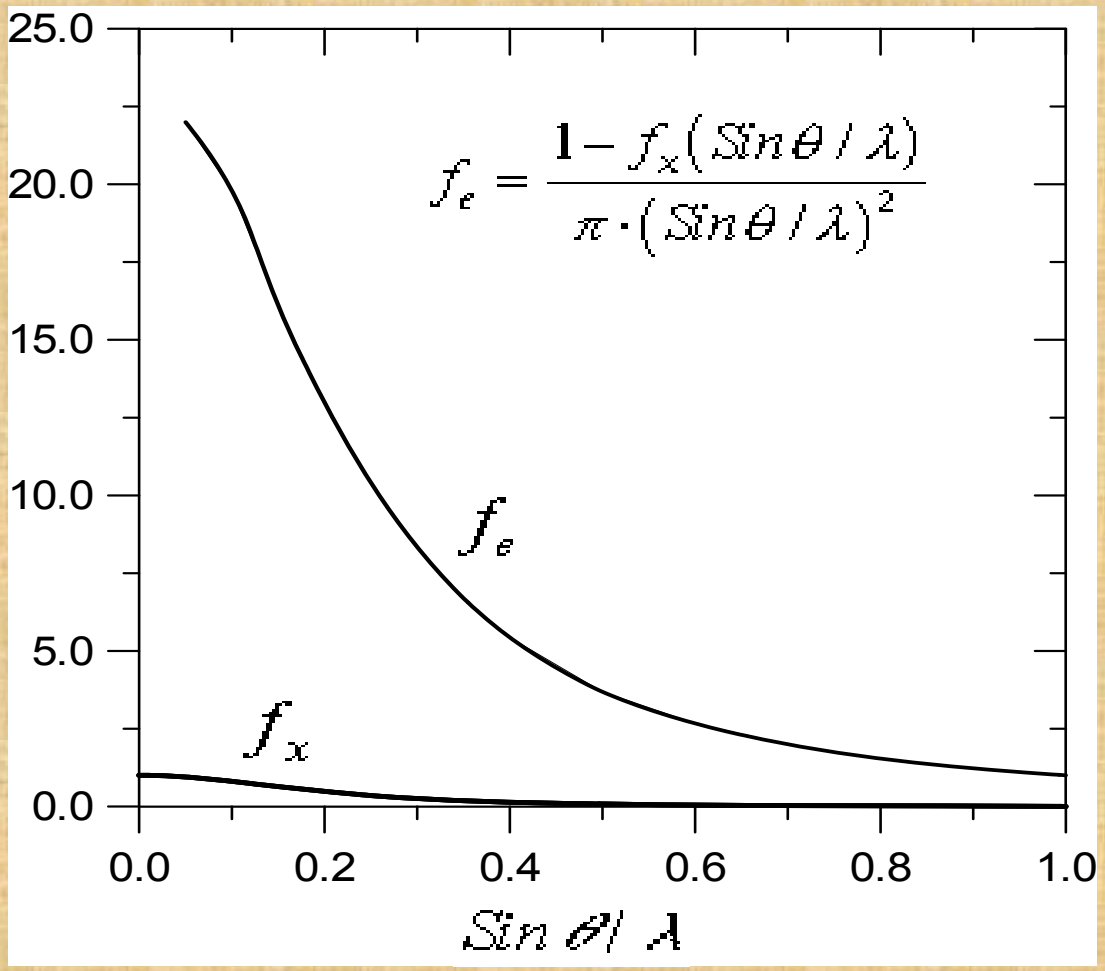
Амплитуда атомного рассеяния электронов

В дифракционных экспериментах наряду с рентгеновским излучением используются электроны с энергией от десятков до сотен кэв (электроны с энергией *50кэв* имеют длину волны *0.037Å*). Путем несложных выкладок можно показать, что амплитуда атомного рассеяния для электронов связана с амплитудой атомного рассеяния рентгеновских лучей следующим выражением

$$f_e(\sin\theta / \lambda) = \frac{Z - f_x(\sin\theta / \lambda)}{\pi(\sin\theta / \lambda)^2}$$

Анализ написанного выражения показывает, что при больших углах рассеяния, где f_x мало, $f_e > Z$ и уменьшается обратно пропорционально $(\sin\theta / \lambda)^2$. В электронографии и электронной микроскопии обычно используется велич/а, кратная амплитуде атомного рассеяния и входящая в первое Борновское приближение теории рассеяния электронов, а именно

$$f_{rb}(\sin\theta / \lambda) = \frac{2\pi me}{h^2} \cdot f_e(\sin\theta / \lambda)$$



Вид функций атомного рассеяния атома водорода для рентгеновских лучей и электронов, рассчитанный в первом Борновском приближении.

Оценки амплитуд атомного рассеяния электронов, сделанные выше, приводят к важным особенностям в применении рассеяния электронов по сравнению с рентгеновскими лучами. С одной стороны, более высокая амплитуда рассеяния электронов (на два-три порядка) заметно повышает светосилу дифракционной картины и наряду с возможностью фокусировки пучка падающих электронов позволяет исследовать весьма мелкие кристаллы в поликристаллических системах. С другой стороны, заметное поглощение электронов с энергией порядка нескольких десятков *кэв* открывает выгодную возможность изучения структуры тонких поверхностных слоев толщиной в 10^{-6}-10^{-7}см. Для сравнения в рентгенографии при оптимальных условиях регистрируется слой около 10^{-2}-10^{-4}см.

Более слабая зависимость атомной амплитуды рассеяния электронов по сравнению с рентгеновскими лучами от атомного номера позволяет проводить структурные исследования для легких атомов.

Наличие у электронов спина и магнитного момента открывает дополнительные возможности для изучения магнитной структуры материалов.

Функции атомного рассеяния для случая свободных электронов в атоме в зависимости от величины $\sin\theta/\lambda$ и соответствующие дисперсионные поправки в зависимости от длины волны для всех элементов таблицы Менделеева приводятся обычно в виде таблиц. Наиболее точные значения этих величин даны в интернациональных таблицах. (International Tables forX-Ray Crystallography, vol.1-4, Birmingam, IDC, 1980)

Амплитуда атомного рассеяния для нейтронов

Для дифракционных экспериментов обычно используются тепловые нейтроны с энергией *0.025эв*, что соответствует длине волны около *1.5Å*. Оставляя в стороне вопросы, связанные с получением и регистрацией нейтронов, остановимся лишь на некоторых особенностях рассеяния нейтронов.

В отличии от рентгеновских лучей и электронов нейтроны практически не взаимодействуют с электронами атома, так как нейтроны не имеют электрического заряда - основное взаимодействие происходит с атомными ядрами. Нейтроны слабо поглощаются веществом (примерно в раз меньше, чем рентгеновское излучение). Так как размеры атомных ядер существенно меньше длины волны тепловых нейтронов, амплитуда атомного рассеяния нейтронов не должна зависеть от угла рассеяния. Величина атомной амплитуды рассеяния примерно на один-два порядка меньше по сравнению с рентгеновскими лучами.

В ядерной физике рассеяние нейтронов описывается величиной, называемой "длиной рассеяния" *b,* связанной с сечением взаимодействия соотношением $\sigma = 4\,\pi b^2$.

В общем случае величина *b* является комплексной, однако мнимая часть является заметной величиной лишь для нескольких ядер, таких, как изотопы бора и кадмия, которые сильно поглощают тепловые нейтроны.

Для целого ряда ядер длина рассеяния *b* является величиной отрицательной, причем даже для соседних изотопов параметр *b* может иметь разный знак и существенно отличаться по величине. Достаточно надежные численные значения параметра *b* приведены в интернациональных таблицах (International Tables forX-Ray Crystallography, vol.1-4, Birmingam, IDC, 1980).

Нейтроны имеют собственный магнитный момент $\mu_n = 1.9131$ ядерных магнетонов. Поэтому параметр рассеяния *b* наряду с ядерным рассеянием b_n будет содержать член, описывающий магнитное рассеяние $b = b_n + b_m$

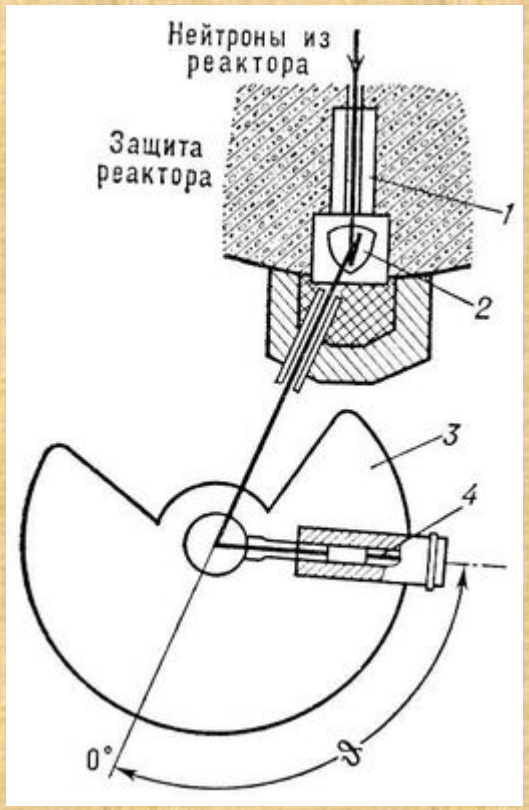
Рассмотренные выше особенности в рассеянии нейтронов веществом показывают, что метод нейтронографии дополняет рентгенографию и электронографию, а в целом ряде случаев оказывается даже более эффективным.

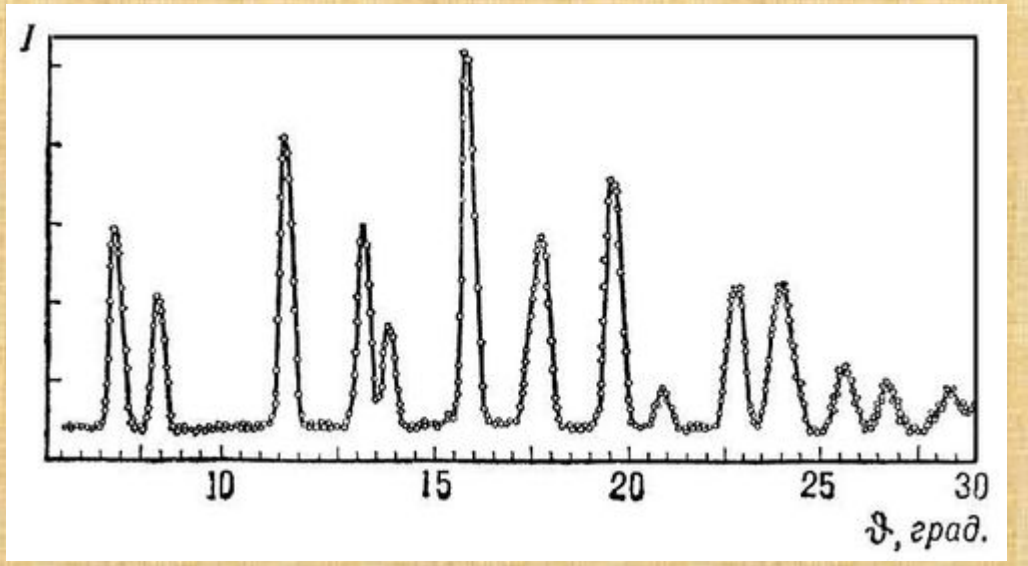
Во-первых, **дифракция нейтронов является по существу единственным методом определения положения атомов водорода и других легких элементов в кристаллической решетке.**

Во-вторых, **исследование положений атомов в решетке в случае, когда они занимают соседние места в таблице элементов Менделеева (из-за, иногда, существенного различия параметров b_n).**

В-третьих, **исследование рассеяния поляризованных нейтронных пучков дает информацию о структуре магнитных подрешеток (ферриты, антиферромагнетики).**

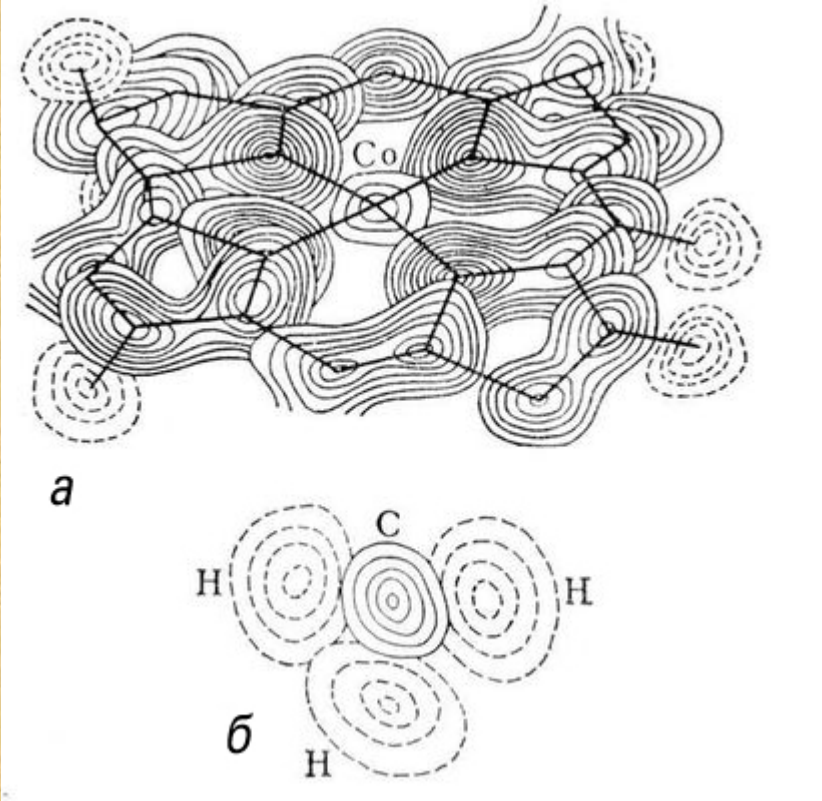
И, наконец, в-четвертых, **изучение неупругого рассеяния нейтронов позволяет получать фононный спектр кристаллов.**



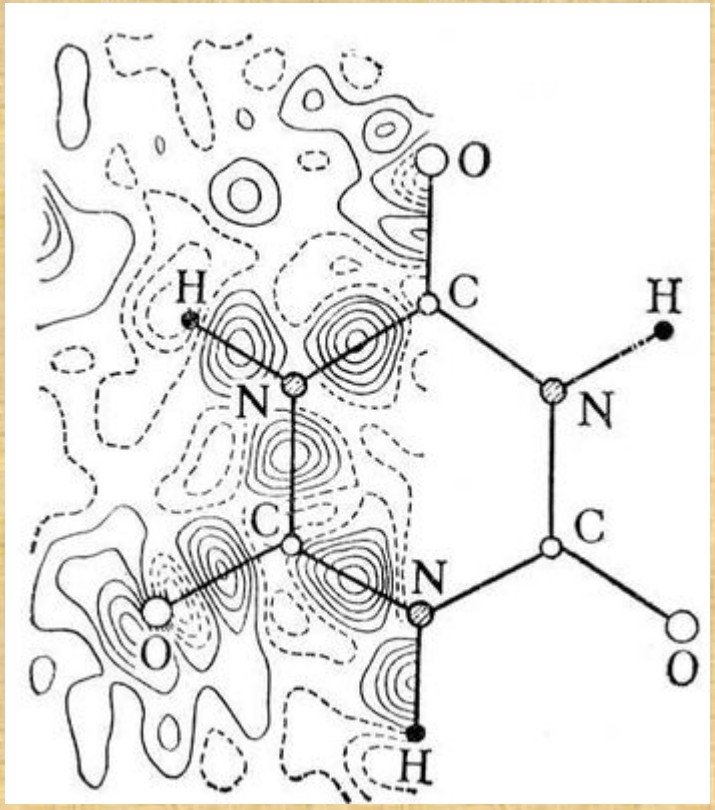


б — нейтронограмма поликристаллического образца $BiFeO_3$

а — схема нейтронографической установки для исследования поликристаллических образцов: 1 — система коллимации, формирующая нейтронный пучок; 2 — блок монохроматизации для выделения нейтронов с определённой фиксированной энергией (длиной волны) из сплошного спектра нейтронов ядерного реактора; 3 — нейтронный спектрометр с детектором нейтронов (BF_3) - 4 для измерения интенсивности нейтронного излучения под различными углами рассеяния ϑ. Исследуемый образец помещается в центре спектрометра.

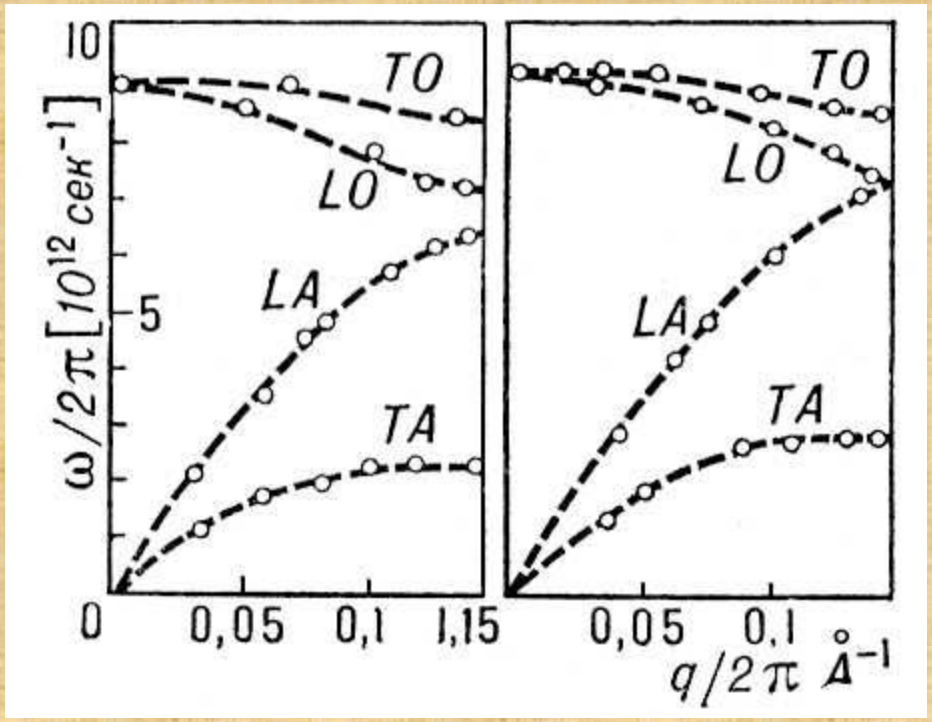


a) -ядерная плотность в элементарной ячейке кобальтпроизводного витамина B12 (полученная по методу синтеза Фурье). Центральный максимум, соответствующий атому Co, в связи с его малой атомной амплитудой рассеяния выражен слабо. Это позволяет более точно определять положение в ячейке лёгких атомов — азота, кислорода и водорода;
b) -ядерная плотность в периферийной группе CH_3. Ядерная плотность для атомов водорода приведена пунктиром в соответствии с отрицательной атомной амплитудой водорода.

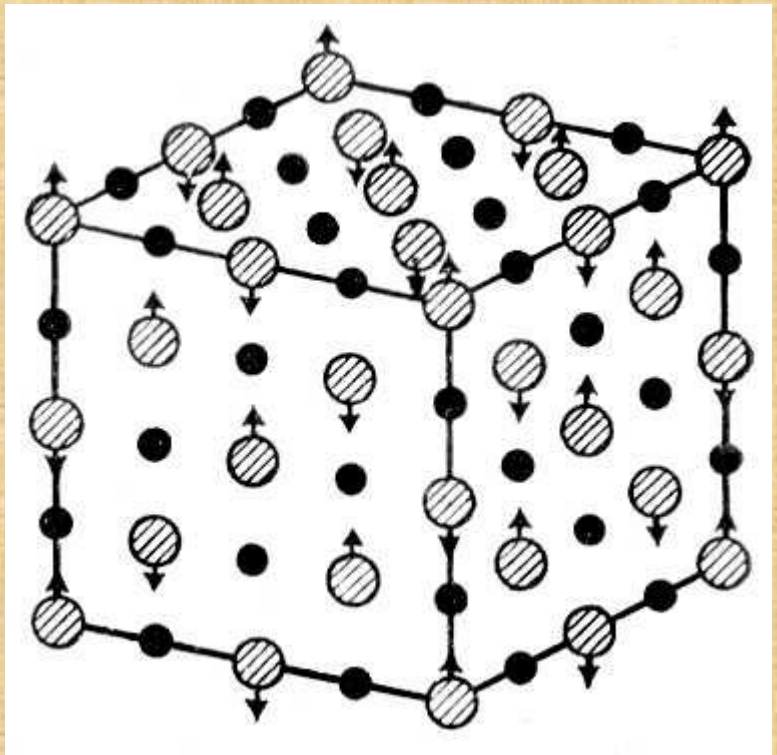


Распределение части электронной плотности в молекуле циануровой кислоты, построенное разностным методом по данным совместного рентгено- и нейтроноструктурного анализов (разностный Фурье-синтез).

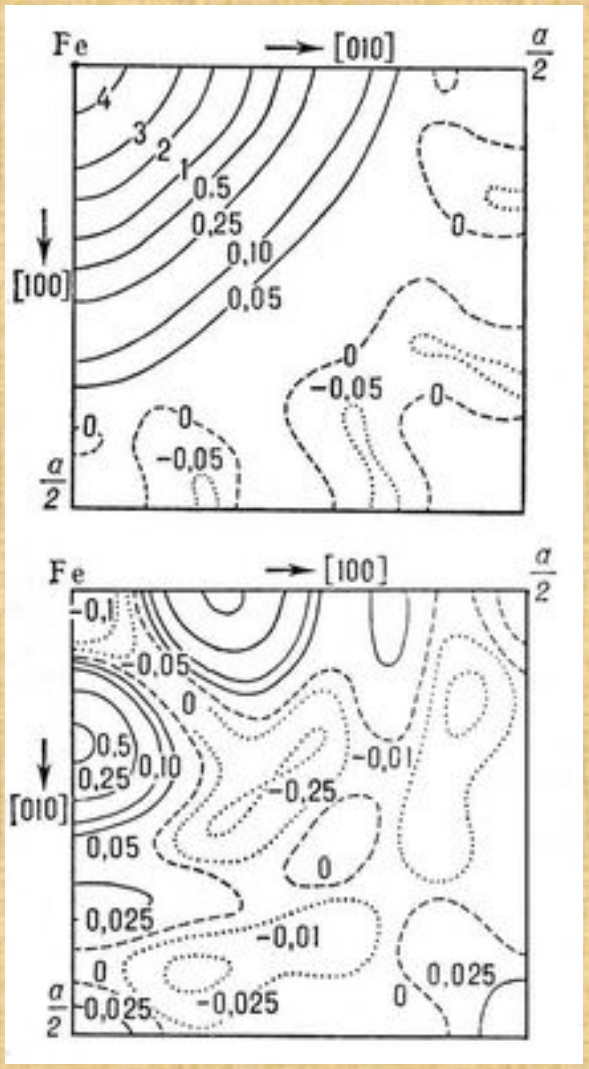
Максимумы, находящиеся в центре связей C — O, C — N и N — H, соответствуют электронной плотности, ответственной за ковалентную связь. (Приведена половина симметричной картины.)



Зависимость частоты $\nu = \omega / 2\pi$ фононных колебаний от волнового числа q (фононные дисперсионные кривые) для двух направлений — [111] (слева) и [100] (справа) — в кристалле германия. Приведены ветви продольных (L) и поперечных (T) оптических (O) и акустических (A) колебаний.



Магнитная структура антиферромагнетика MnO. Заштрихованные кружки — ионы марганца, чёрные — ионы кислорода; стрелки указывают направления магнитных моментов



Распределение спиновой плотности в элементарной ячейке железа:
а — спиновая плотность 3d-электронов (полученная синтезом Фурье); атом железа находится в левом верхнем углу; цифры на кривых обозначают плотность магнитного момента в магнетонах Бора на $Å^3$ (а — период элементарной ячейки железа);
б — то же, что на а, за вычетом сферически-симметричной части спиновой плотности; в — распределение намагниченности в объёме элементарной ячейки железа, возникающей в результате поляризации 4s-электронов.

1. Бэкон Дж., Диффракция нейтронов, пер. с англ., М., 1957;

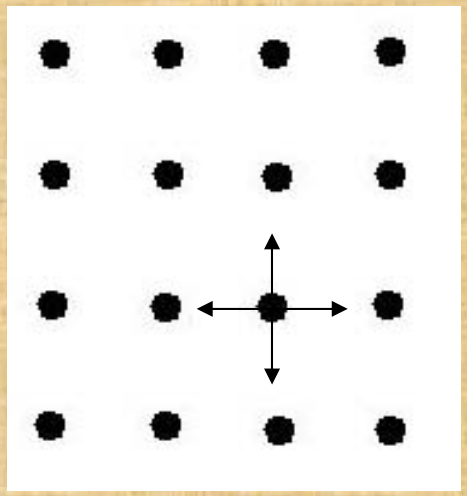
2. Изюмов Ю. А., Озеров Р. П., Магнитная нейтронография, М., 1966;

3. Гуревич И. И., Гарасов Л. В., Физика нейтронов низких энергии, М., 1965;

4. Рассеяние тепловых нейтронов, под ред. П. Игельстаффа, пер. с англ., М., 1970;

5. Marshall W., Lovesey S., The theory of thermal neutron scattering. The use of neutrons for the investigation of condensed matter, Oxf., 1971

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА АМПЛИТУДУ РАССЕЯНИЯ



$$\mathbf{r}_j \Rightarrow \mathbf{r}_j + \mathbf{u}_j$$

Для упрощения рассуждений будем полагать, что (приближение **Дебая**):

1. **Колебания всех атомов изотропны в пространстве**
2. **Колебания всех атомов независимы**

1. Так как смещения атомов вызваны тепловыми колебаниями, период тепловых колебаний атомов решетки намного больше периода колебаний падающей электромагнитной волны и поэтому в каждом акте рассеяния атомы можно считать неподвижными (эффект Доплера можно не учитывать).

2. Время наблюдения много больше периода колебаний атомов следовательно усреднять интенсивность рассеяния можно не по времени, а по всем конфигурациям атомов с разными значениями смещений u_j, т.е. *по всему статистическому ансамблю*.

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot \sum_j f_j \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j+\mathbf{u}_j)}$$

$$I = \left|\mathbf{E}\times\mathbf{E}^{*}\right| = \left(\frac{E_0}{R}\right)\cdot\sum_{j}\sum_{j'} f_j f_{j'}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{u_j}\right)}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_{j'}}-\mathbf{u_{j'}}\right)} =$$

$$= \left(\frac{E_0}{R}\right)\cdot\sum_{j}\sum_{j'} f_j f_{j'}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}\right)}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right)}$$

$$\overline{I} = \left(\frac{E_0}{R}\right)\cdot\sum_{j}\sum_{j'} f_j f_{j'}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}\right)}\cdot\overline{e^{-i\left(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right)}} =$$

$$\overline{\left(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right)} = \overline{p_{jj'}}$$

$$= \left(\frac{E_0}{R}\right)\cdot\sum_{j}\sum_{j'} f_j f_{j'}\cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}\right)}\cdot\overline{e^{-ip_{jj'}}} =$$

$$= L^2\left(\mathbf{H}\right)\cdot\overline{e^{-ip_{jj'}}}$$

$$e^x = 1+\frac{x}{1!}+\frac{x^2}{2!}+\ldots+\frac{x^n}{n!}+\ldots$$ → - степенной ряд

$$\overline{\left(\mathbf{H}, \mathbf{u}_j - \mathbf{u}_{j'}\right)} = \overline{p_{jj'}}$$

$$\overline{e^{-ip_{jj'}}} = 1 - i\overline{p}_{jj'} - \frac{\overline{p}_{jj'}^{\,2}}{2!} + \frac{\left(i\overline{p}_{jj'}\right)^3}{3!} + \frac{\left(i\overline{p}_{jj'}\right)^4}{4!} + \ldots.$$

Учитывая, что противоположные и равновеликие смещения атомов равновероятны, *одинаковы* вероятности противоположных по знаку значений величин $p_{jj'}$ (допущения Дебая). Следовательно все нечетные степени ряда будут равны нулю и можно записать

$$\overline{e^{-ip_{jj'}}} = 1 - \frac{\overline{p_{jj'}^{\,2}}}{2!} + \frac{\overline{p_{jj'}^{\,4}}}{4!} + \ldots.$$

Так как смещения атомов малы по сравнению с величиной межатомного расстояния можно опустить все члены рада выше второго порядка.

$$\overline{e^{-ip_{jj'}}} \approx 1 - \frac{\overline{p_{jj'}^{\,2}}}{2} \approx e^{-\frac{1}{2}\overline{p^2}_{jj'}}$$

$$e^x = 1 + \frac{x}{1!} + \frac{x^2}{2!} + \frac{x^3}{3!} + \ldots + \frac{x^n}{n!} + \ldots$$

$$если \cdot \alpha << 1 \_ то \_ 1 - \alpha \approx e^{-\alpha}$$

$$p_{jj'} = (\mathbf{H}, \mathbf{u}_j - \mathbf{u}_{j'}) = k \cdot \sin\theta \cdot |\mathbf{u}_j - \mathbf{u}_{j'}|_H = \frac{4\pi \cdot \sin\theta}{\lambda} \cdot |\mathbf{u}_j - \mathbf{u}_{j'}|_H$$

$$|\mathbf{H}| = 2k \cdot \sin\theta = 4\pi \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda}$$

$$2d \sin\theta = \lambda$$

$$\overline{p_{jj'}^{\,2}} = \frac{16\pi^2 \sin^2\theta}{\lambda^2} \cdot \overline{|u_j - u_{j'}|^2}$$

$$\overline{|u_j - u_{j'}|^2} = \overline{|u_j|^2} + \overline{|u_{j'}|^2} - 2\overline{|u_j u_{j'}|}$$

$$\overline{|\mathbf{u}_j|}^2 = \overline{|\mathbf{u}_{j'}|}^2$$

$$\overline{|\mathbf{u}_j, \mathbf{u}_{j'}|} = 0$$

$$\overline{p_{jj'}^{\,2}} = \frac{16\pi^2 \sin^2\theta}{\lambda^2} \cdot 2\overline{|u_{jj'}|^2}$$

Результат приближения Дебая

$$\bar{I} = \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})} \cdot e^{-\frac{1}{2}\overline{p^2_{jj'}}} =$$

$$= \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})} \cdot e^{-\frac{1}{2}\left[\frac{4\pi \sin\theta}{\lambda}\right]^2 \cdot 2\overline{u_j^2}}$$

$$\bar{I} = \left(\frac{E_0}{R}\right) \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_j \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})} \cdot e^{-2M} =$$

$$= L^2(\mathbf{H}) \cdot F^2(\mathbf{H},\mathbf{r_j}) \cdot e^{-2M}$$

$$M = 8\pi \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2 \cdot \overline{u_j^2}$$

- **Температурный фактор или фактор Дебая-Валлера**

$$\bar{I} = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \left[N + e^{-2M} \cdot \sum_{j \neq j'} \sum f_j f_{j'} \cdot e^{-i(\mathbf{H}, r_j - r_{j'})} \right]$$

Добавляя и вычитая член Ne^{-2M} к полученному выше выражению получим

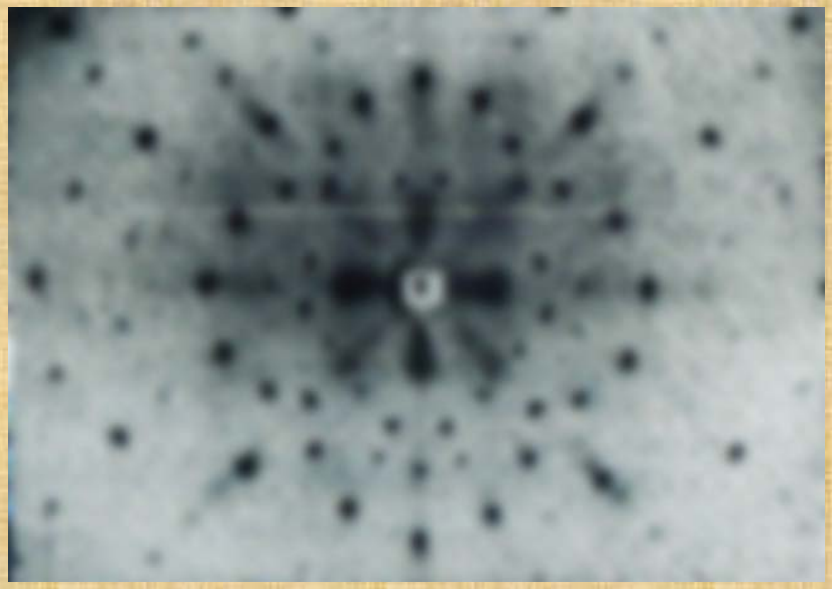
$$I(\mathbf{H}) = e^{-2M} \left[N + \sum_{j \neq j'} \sum f_j f_{j'} \cdot e^{-i(\mathbf{H} r_{jj'})} \right] + N\left(1 - e^{-2M}\right) =$$

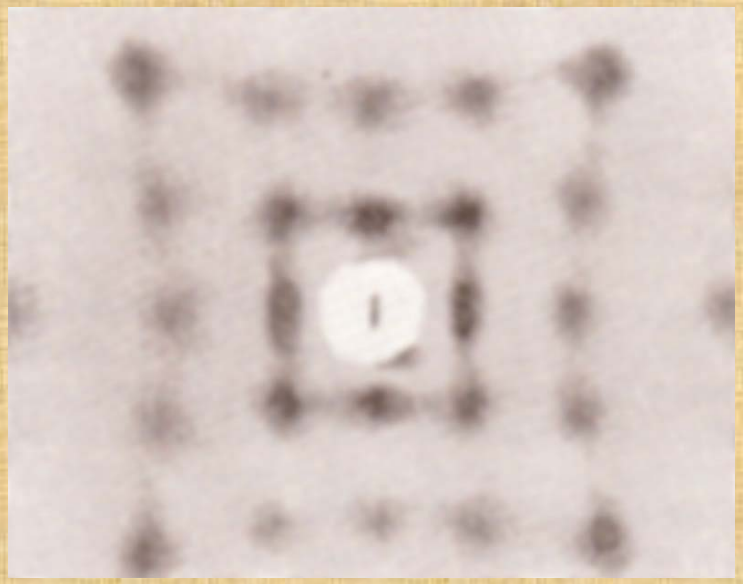
$$= e^{-2M} \cdot L^2(\mathbf{H}) + N\left(1 - e^{-2M}\right)$$

Первое слагаемое описывает значения интенсивности дифракционных пиков ослабленные за счет тепловых колебаний.

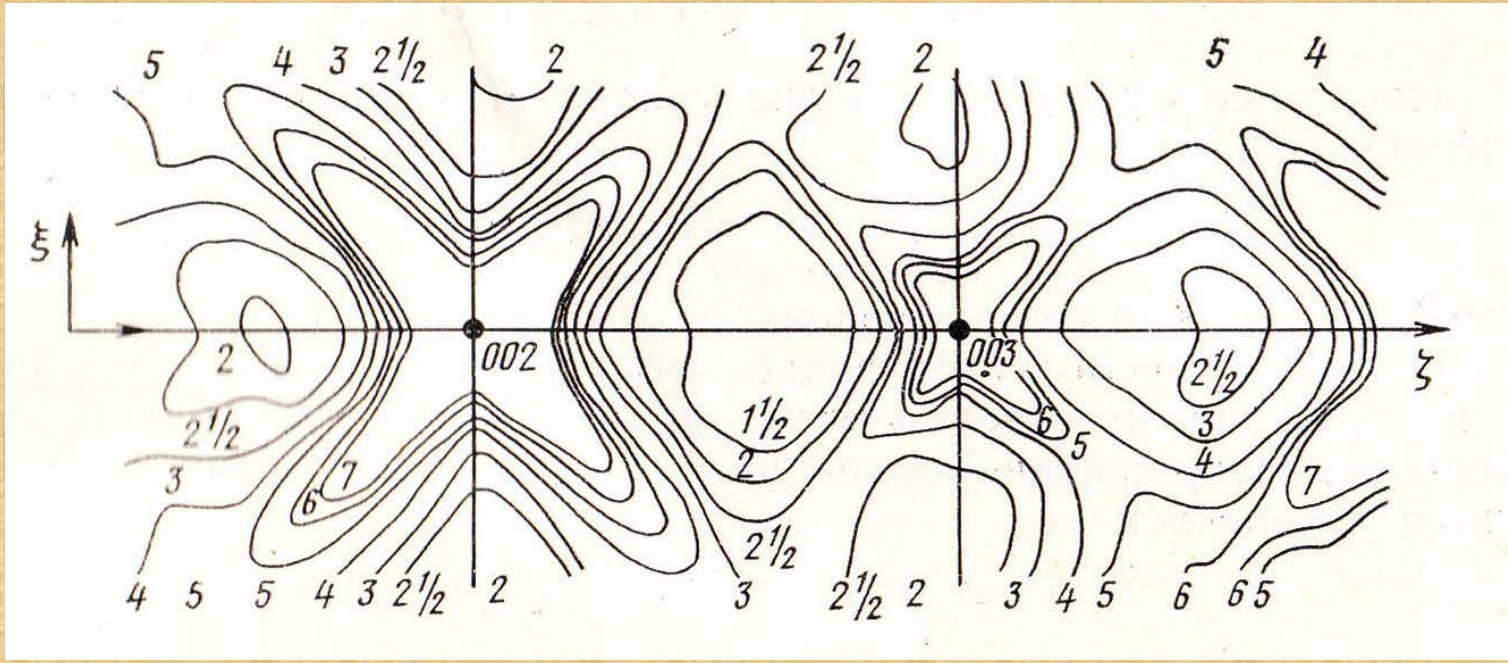
Второе слагаемое пропорционально числу рассеивающих атомов и монотонно возрастает с увеличением угла рассеяния. Это диффузное рассеяние. Его рост с углом θ связан с предполажением о независимости тепловых колебаний атомов друг от друга (приближение Дебая)

Иллюстрация теплового рассеяния рентгеновского излучения на лауэграммах





Рентгенограммы кристалла KCl полученные на излучении MoKα. Хорошо видно появление диффузного рассеяния между рефлексами. Иногда интенсивность диффузных пятен иногда сопоставима с интесивностью основных рефлексов.



Изодиффузные линии теплового рассеяния для кристалла β-AuZn

$$M = 8\pi \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda} \right)^2 \cdot \overline{u_j^2}$$

Для упрощения рассуждений будем полагать, что (приближение **Дебая**):

1. **Колебания всех атомов изотропны в пространстве**
2. **Колебания всех атомов независимы**

$$2M = \frac{12h^2}{mk\Theta_m} \cdot \left(\frac{\Phi(x)}{x} + \frac{1}{4} \right) \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda} \right)^2$$

m - масса атома; Θ – характеристическая температура Дебая;
k - постоянная Больцмана; h - постоянная Планка;

$$\Phi(x) = \frac{1}{x} \int_0^x \frac{y\,dy}{e^y - 1}$$ – функция Дебая; x=Θ/T

k=1,3806488.10^{-23}дж/K; h=6,626069.10^{-27}эрг.сек

Петер Йозеф Вильгельм Дебай
(Peter Joseph Wilhelm Debye)
(24.03.1884 - 02.11.1966)

Дебай (Debve) Петер Йозеф Вильгельм, физик-теоретик. По национальности голландец. Окончил Высшую техническую школу в Ахене (1905) и Мюнхенский университет (1910). Профессор в Цюрихе (1911 и 1920), Утрехте (1912), Гёттингене (1914), Лейпциге (1927), Берлине (1935). Директор Кайзер-Вильгельм института физики в Берлине (1935). С 1940 профессор Корнеллского университета в Итаке (США).

В 1912 Д. предложил модель твёрдого тела, с помощью которой он доказал, что при низких температурах теплоёмкость кристаллической решётки пропорциональна кубу абсолютной температуры, а также дал теорию теплопроводности диэлектрических кристаллов. В этой модели Д. ввёл понятие т.н. Дебая температуры. Разработал дипольную теорию диэлектриков, основанную на представлении о молекулах как о жёстких диполях. Его метод наблюдения интерференции рентгеновских лучей в кристаллических порошках и жидкостях (Дебая - Шеррера метод) нашёл практическое применение в исследовании структуры веществ. Д. принадлежит также ряд работ по теории твёрдого тела, атома, проводимости электролитов и др. Именем Д. названа единица измерения дипольных моментов – дебай. Дебай заложил основы современной статистической физики.

Нобелевская премия по физике (1936).

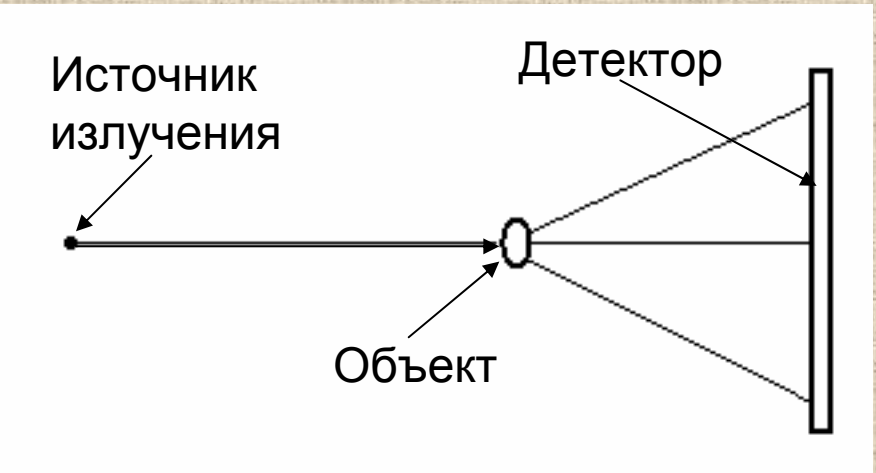
1. Дж.Каули, Физика дифракции, Москва, Мир, 1976, с.432
2. В.И.Иверонова, Г.П.Ревкевич, Теория рассеяния ренгеновских лучей, Москва, *МГУ,* 1978, с.278
3. Г.С.Жданов, Основы рентгеноструктурного анализа, Москва, Гостехиздат, 1940, с.446
4. А.М.Гинье, Рентгенография кристаллов, Москва, Физматгиз, 1961, с.604
5. Б.Я.Пинес Лекции по структурному анализу, Харьков, ХГУ, 1957, с.476
6. У.Вустер, Диффузное рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах, Москва, ИЛ, 1963, с.
7. Я.С.Уманский, Рентгенография металлов, Москва, Металлургия, 1967, с.236
8. А.Ф.Скрышевский, Структурный анализ жидкостей, Москва, Мир, 1976, с.256

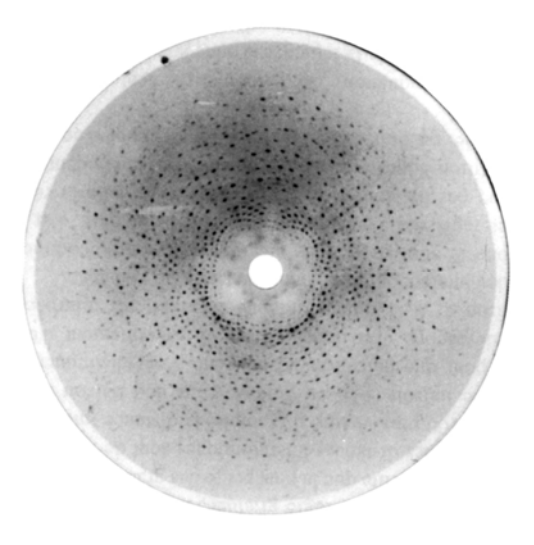
Основные этапы классического рентгеноструктурного анализа

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Источники информации в структурном анализе





1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V}\sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

3. Тонкая структура дифракционных рефлексов и диффузного рассеяния → Реальная структура кристаллов - дефекты, нарушения совершенства кристаллов

1-й этап

Из анализа геометрии дифракционной картины определяется тип (*лауэграммы*) и параметры элементарной ячейки кристаллического вещества (*рентгенограммы вращения, дебаеграммы, дифрактометрия*), симметрия, пространственная группа симметрии кристалла (*методы рентгеновского гониометра: рентгенограммы вращения, качания, методы фотографирования обратной решетки, дифрактометрия*). Далее определяется количество формульных единиц (число атомов или молекул) в элементарной ячейке.

Например: Определить число атомов в элементарной ячейке железа, кристаллизующегося в кубической системе; ребро куба а=2,87Å, атомный вес железа 55,84; плотность ρ=7,8г/см^3; m_H=1,65x10^{-24}г

Применяя формулу плотности к элементарной ячейке, находим

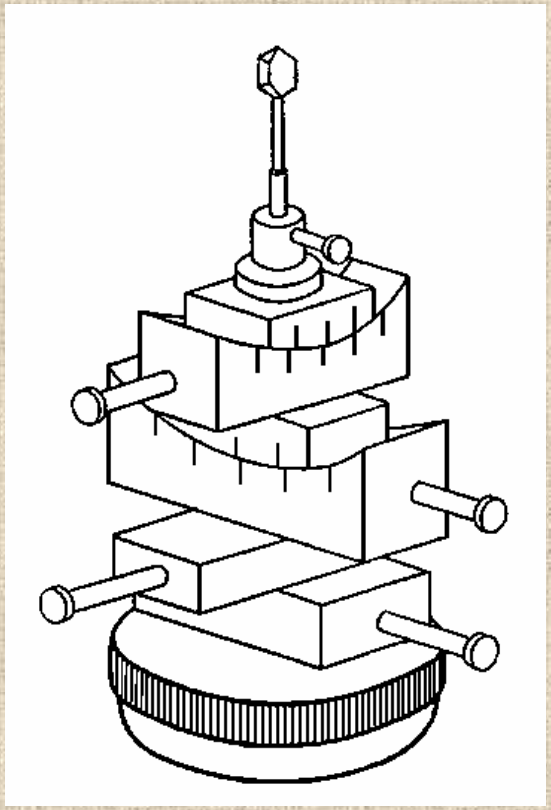
$$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H}$$

$$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H} = \frac{7,8 \cdot (2,87)^3 \cdot 10^{-24}}{55,84 \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}} \cdot \left[\frac{г/см^3 \cdot см^3}{г} \right] \approx 2$$

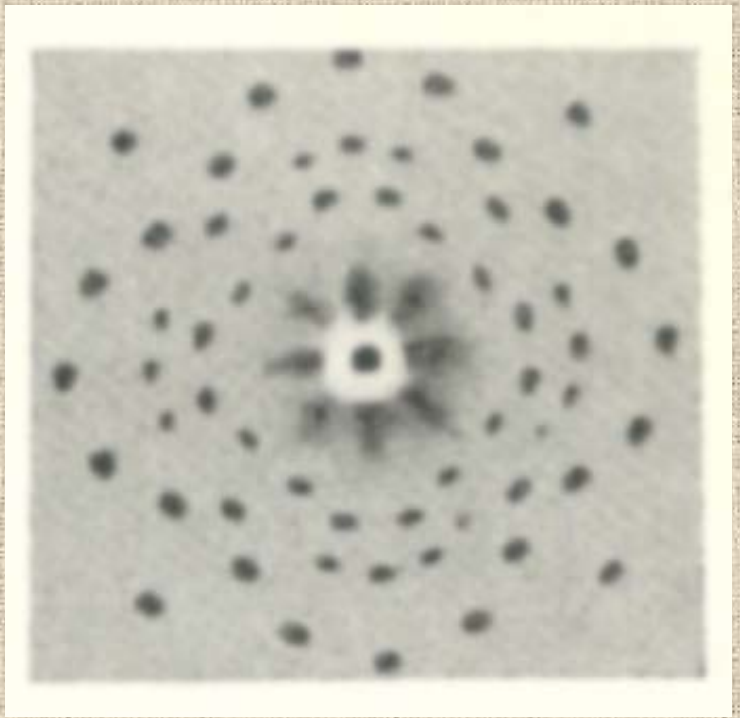
т.е. на элементарную ячейку приходится 2 атома.

Здесь А – атомный вес, m_H – масса атома водорода

МЕТОД ЛАУЭ

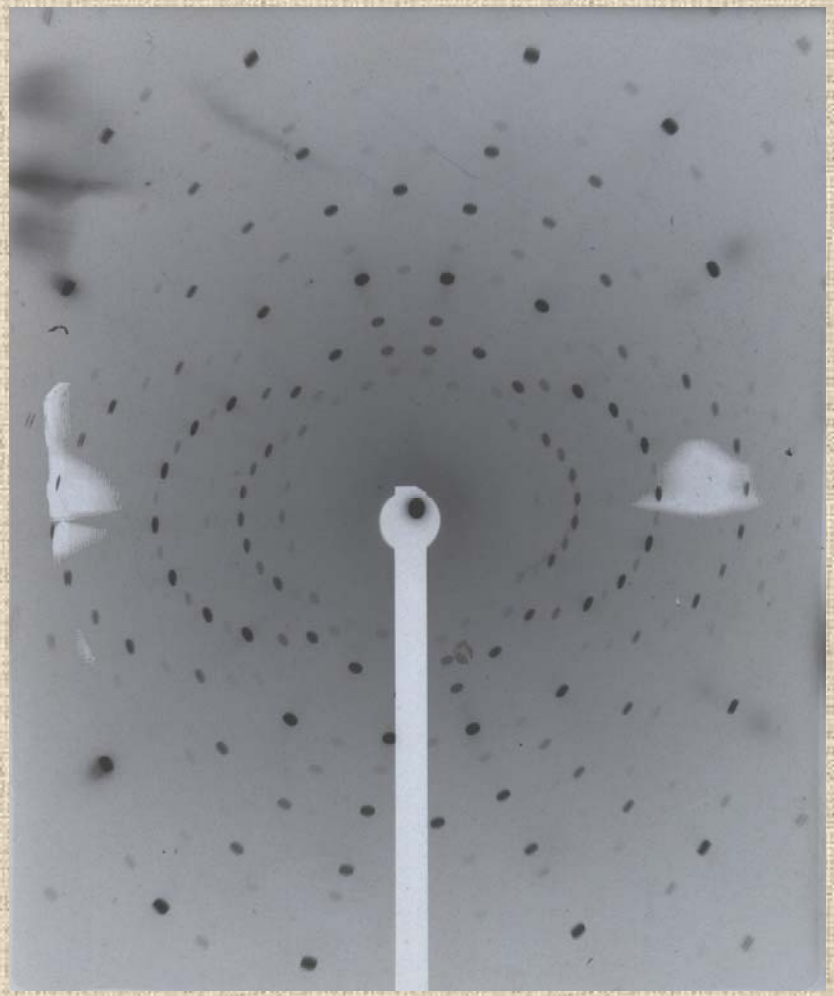


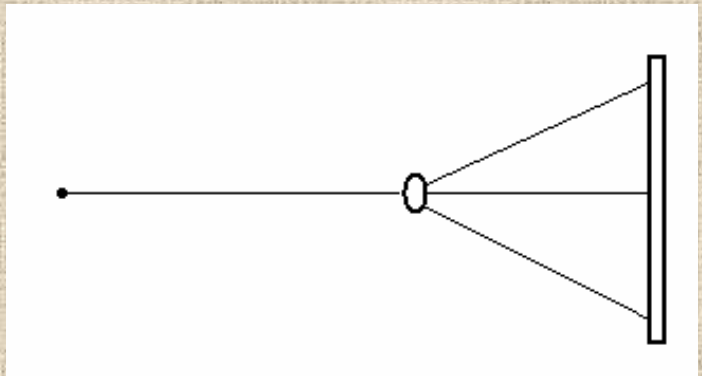
Типичная гониометрическая головка



Типичная лауэграмма кристалла NaCl.
Ось [001] направлена вдоль рентгеновского пучка перпендикулярно плоскости рисунка.
Ось [010] расположена вертикально.
Излучение W анода.

Пример Лауэграммы снятой на просвет

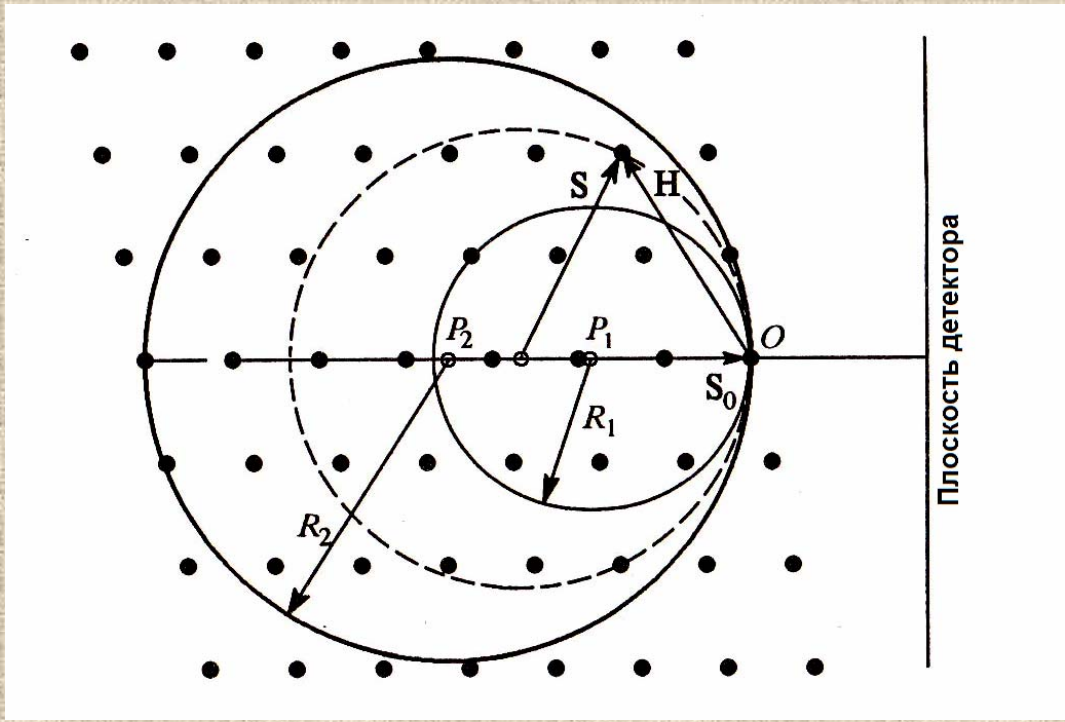


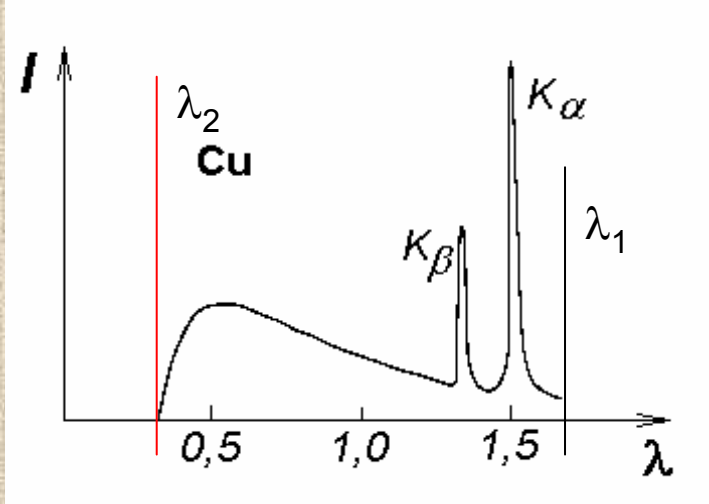


$$\frac{1}{\lambda}\cdot(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0)=\mathbf{H}$$

$$\mathbf{K}-\mathbf{K}_0=\mathbf{H}$$

Геометрия формирования Лауэграммы в обратном пространстве

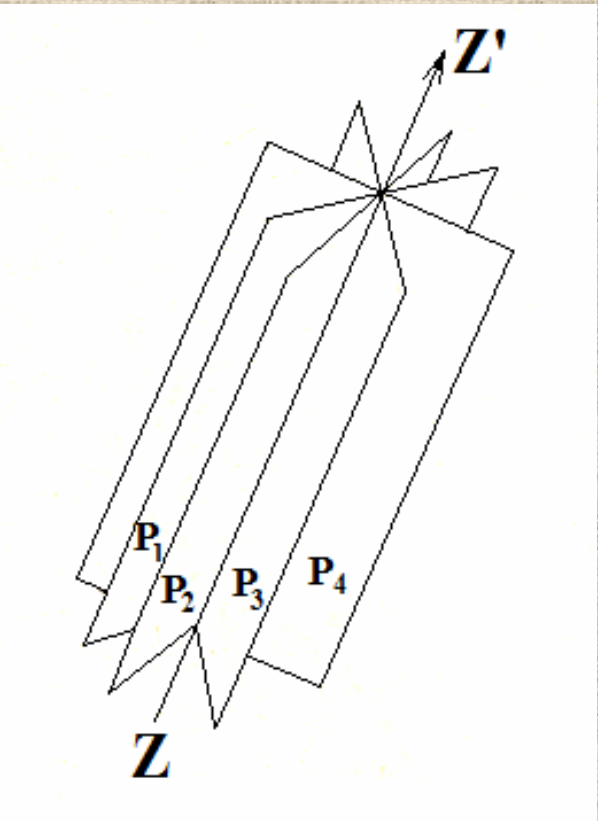




$R_1=1/\lambda_1$

$R_2=1/\lambda_2$

Кристаллографическая зона



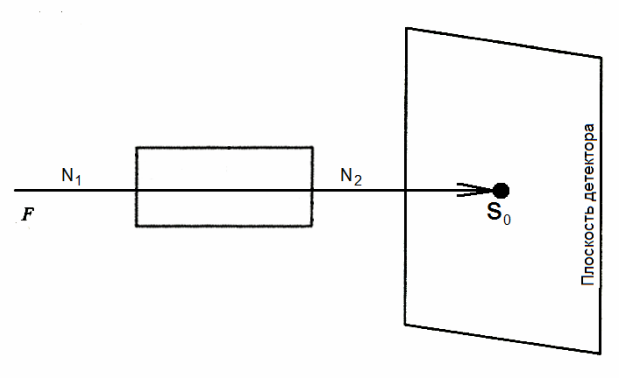
Кристаллографической зоной или поясом, называется совокупность граней кристалла, параллельных одному направлению – оси зоны.

(hkl) $\quad [m^*n^*p^*]$

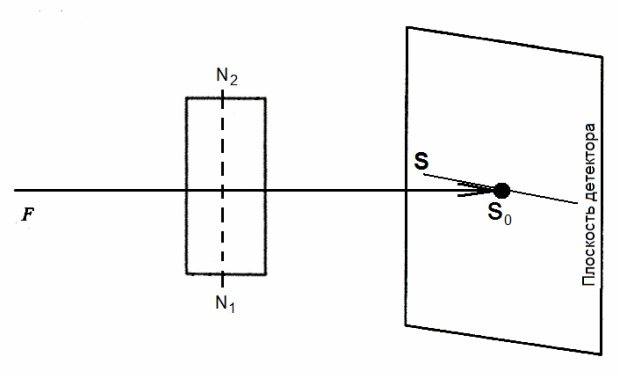
$$hm^* + kn^* + lp^* = 0$$

$$(h_1k_1l_1);(h_2k_2l_2) \Rightarrow [mnp]???$$

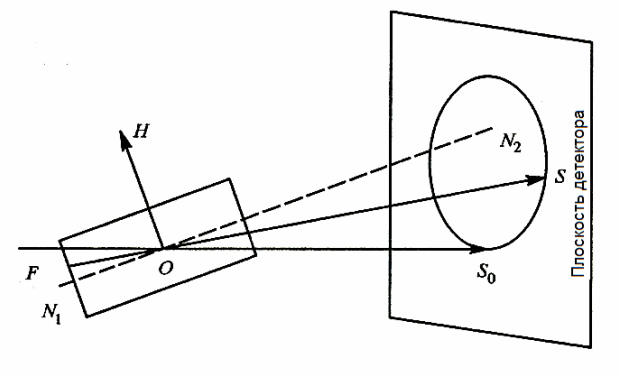
ЗОНАЛЬНЫЕ КРИВЫЕ



Ось зоны N_1N_2 совпадает с направлением падающего пучка. В этом случае отраженные пучки от плоскостей зоны будут отсутствовать



Ось зоны N_1N_2 перпендикулярна к направлению падающего пучка. В этом случае отраженные пучки от плоскостей зоны будут располагаться вдоль прямой линии SS_0.



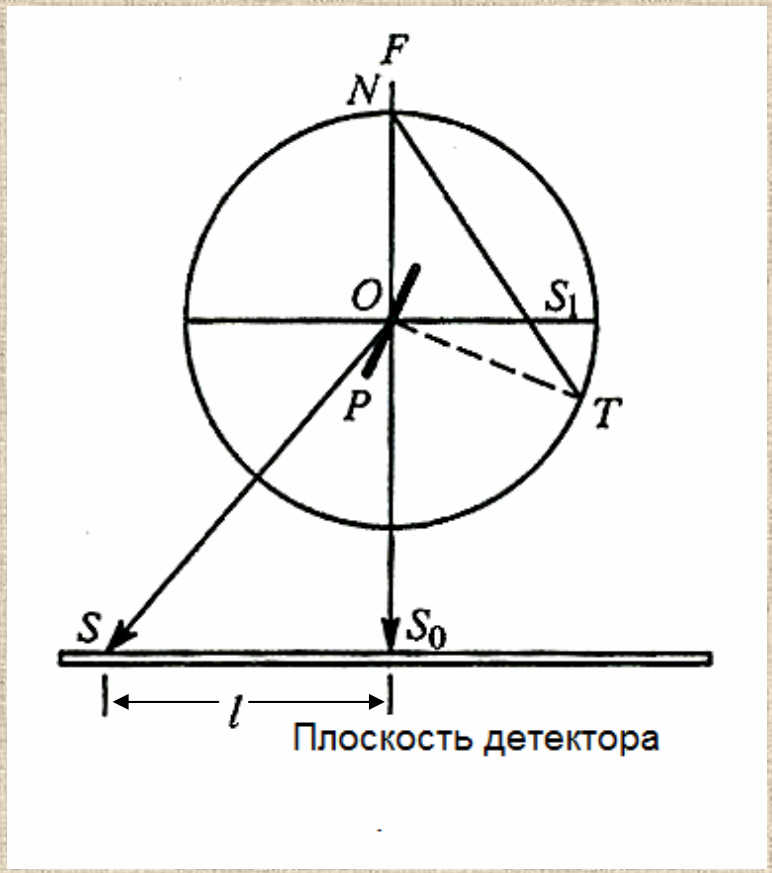
Ось зоны N_1N_2 расположена под углом к падающему пучку. Рефлексы будут располагаться по линии ss_0. Эта линия является сечением конуса образованного дифрагированными лучами os.

Отраженный луч при повороте отражающей плоскости вокруг оси зоны описывает коническую поверхность, а след его пересечения с плоскостью пленки – зональную кривую (сечение конуса – эллипс, парабола, гипербола).

Чем больше угол между осью зоны и первичным пучком тем больше размер эллипса. Когда этот угол равен 45^0 - линия пересечения конуса с плоскостью пленки становится параболой. При углах наклона оси зоны больше 45^0 – линия пересечения конуса с плоскостью пленки переходит в гиперболу.

Лауэграмма это набор зональных кривых определяющий взаимное расположение семейств плоскостей в кристалле.

Пространственная связь геометрии съемки, стереографической проекции и лауэграммы



$$l = S_0S = D \cdot tg\,2\theta$$

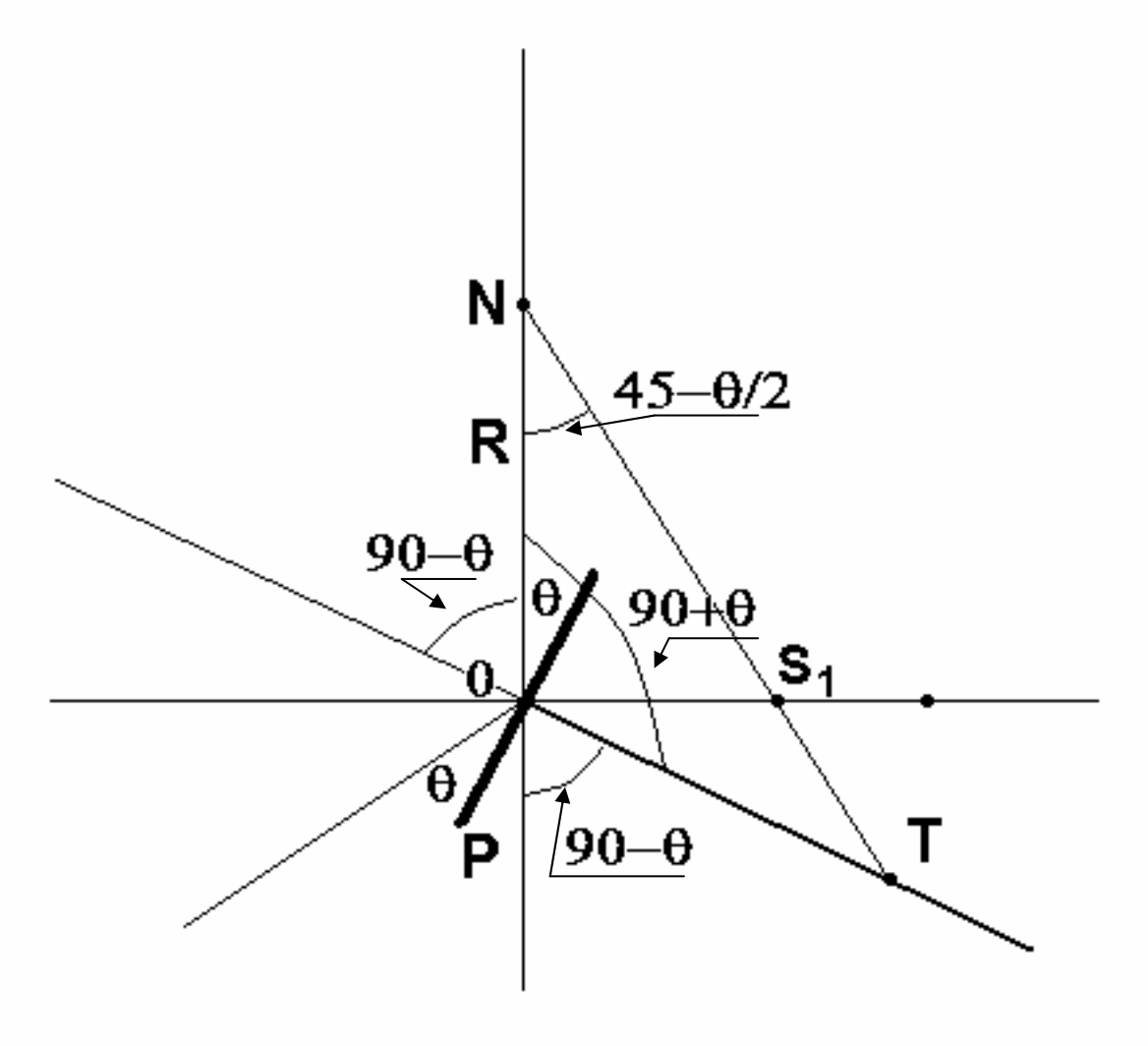
Расстояние l лауэвского рефлекса S от оси прямого пучка S_0.

$$OS_1 = R \cdot tg\left(45^o - \theta/2\right)$$

Расстояние OS_1 стереографической проекции S_1 плоскости P от центра плоскости проекции.

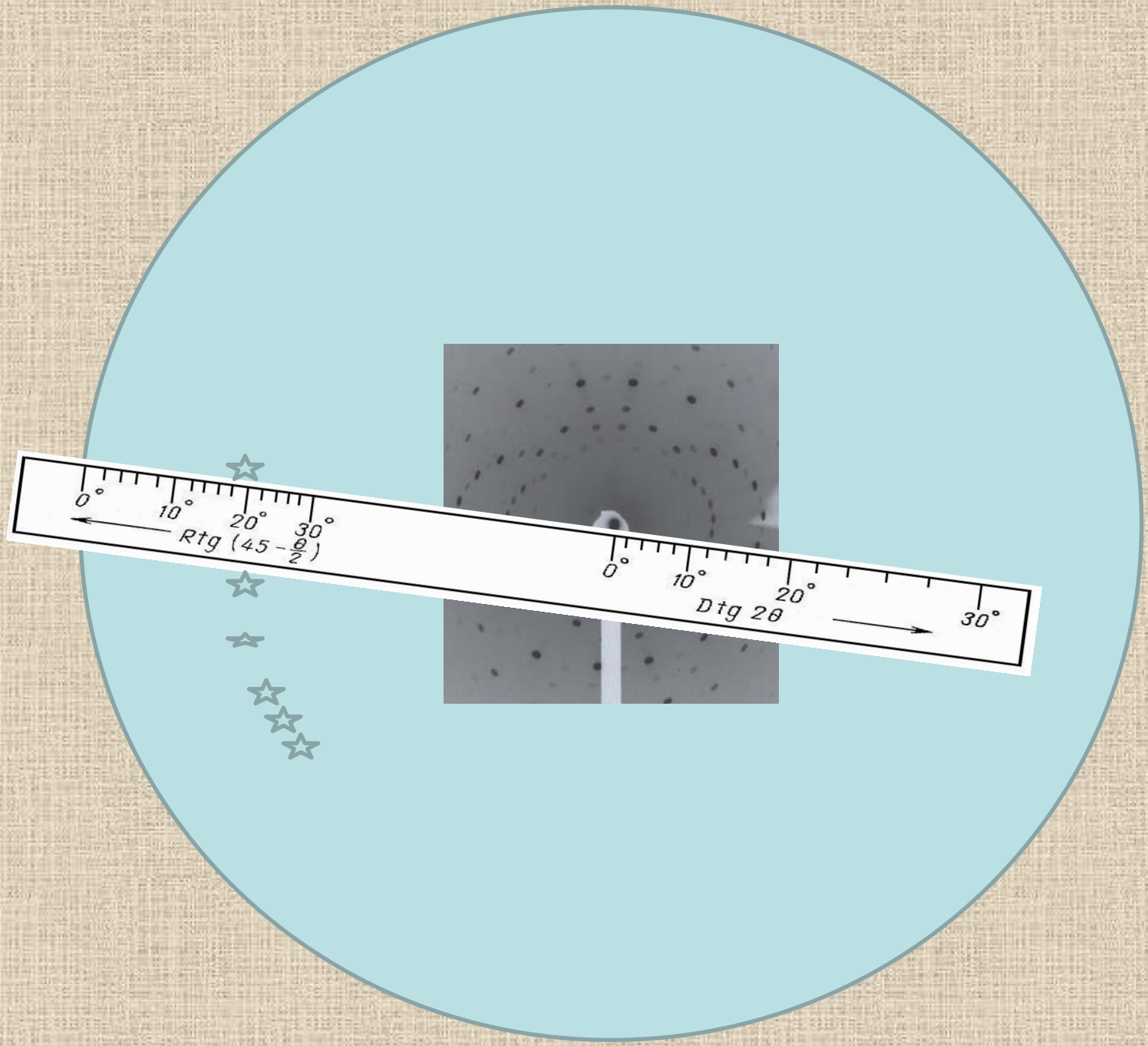
OT – нормаль к плоскости **P**;
Точка **S_1** – стереографическая проекция плоскости **P**

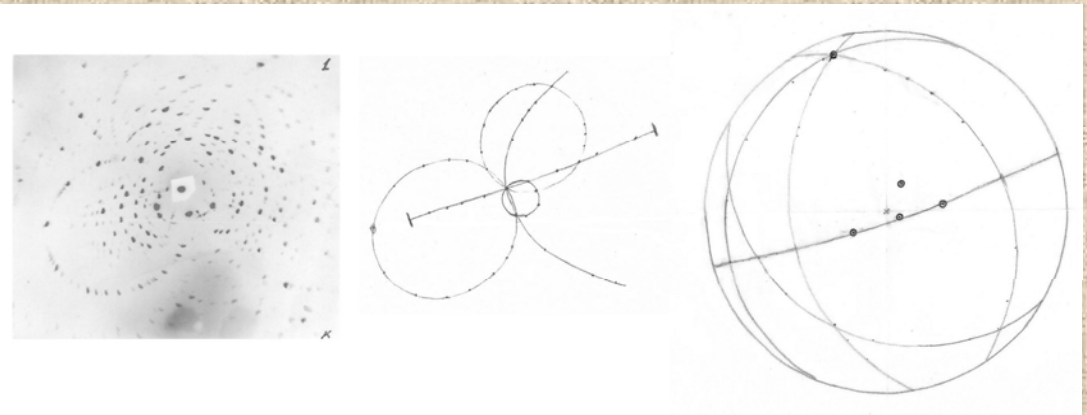
Здесь *D* – расстояние от кристалла до пленки;
R – радиус сферы проекции

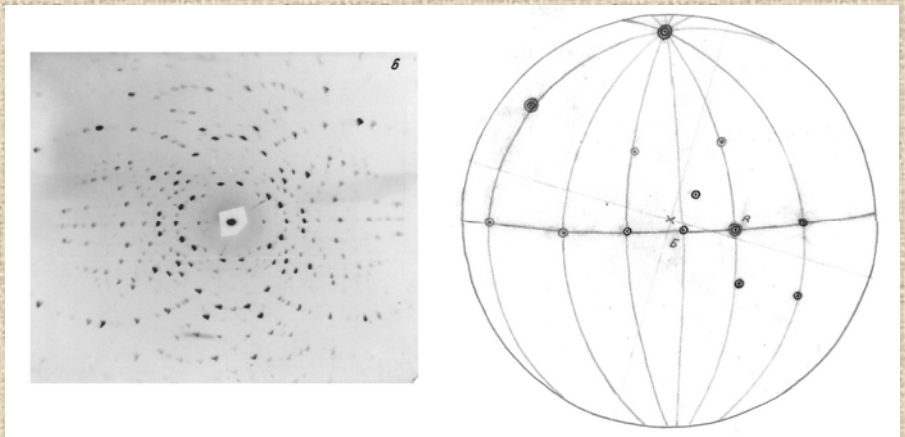


$$OS_1 = R \cdot tg\left(45^o - \theta/2\right)$$

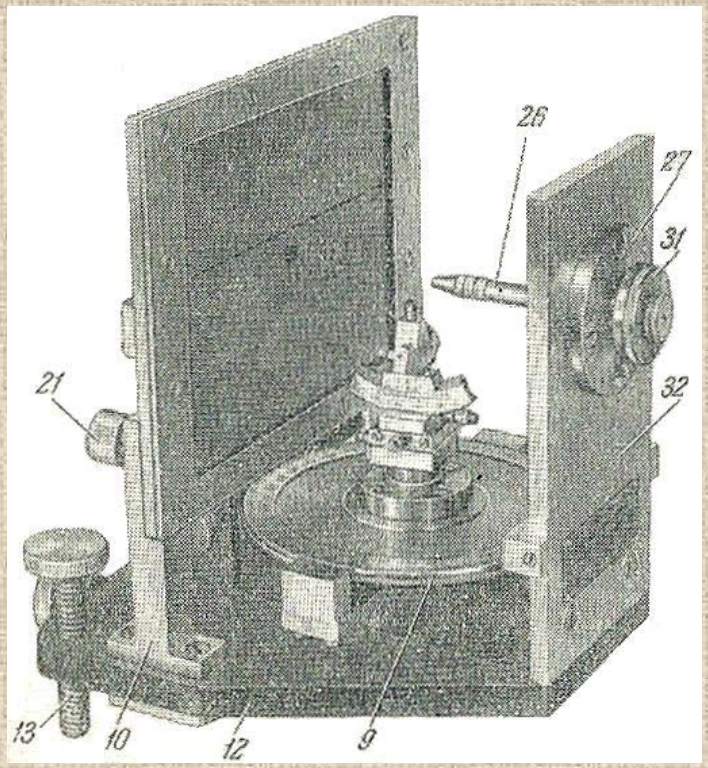
Специальная линейка для переноса данных с лауэграммы на стреографическую проекцию


0°
10°
20°
30°
R tg (45 - θ/2)
0°
10°
20°
30°
D tg 2θ

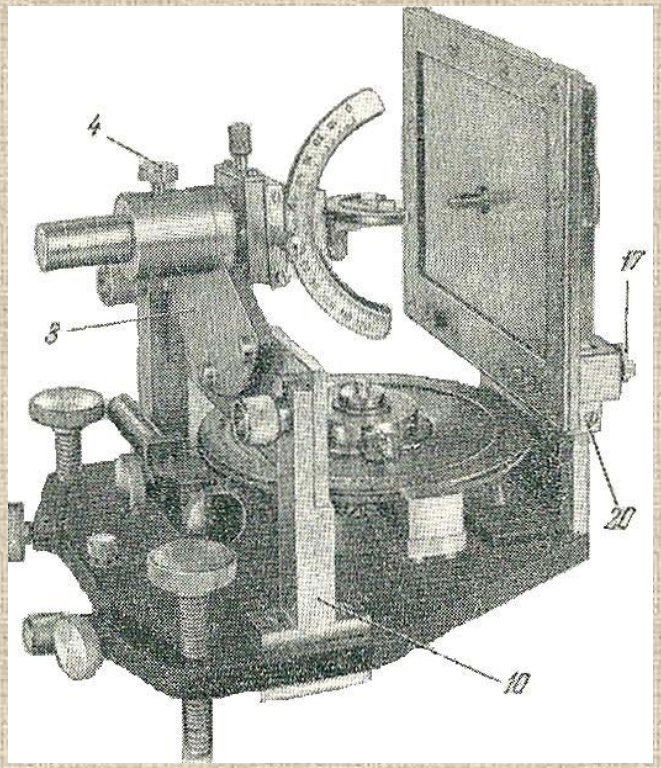

1
K


б
K
R
Б

Общий вид камеры РКСО для получения лауэграмм (разработка физ-фак МГУ)



Камера для получения прямых лауэграмм



Камера дл получения обратных лауэграмм (эпиграмм)

Какую информацию можно получить из анализа лауэграммы?

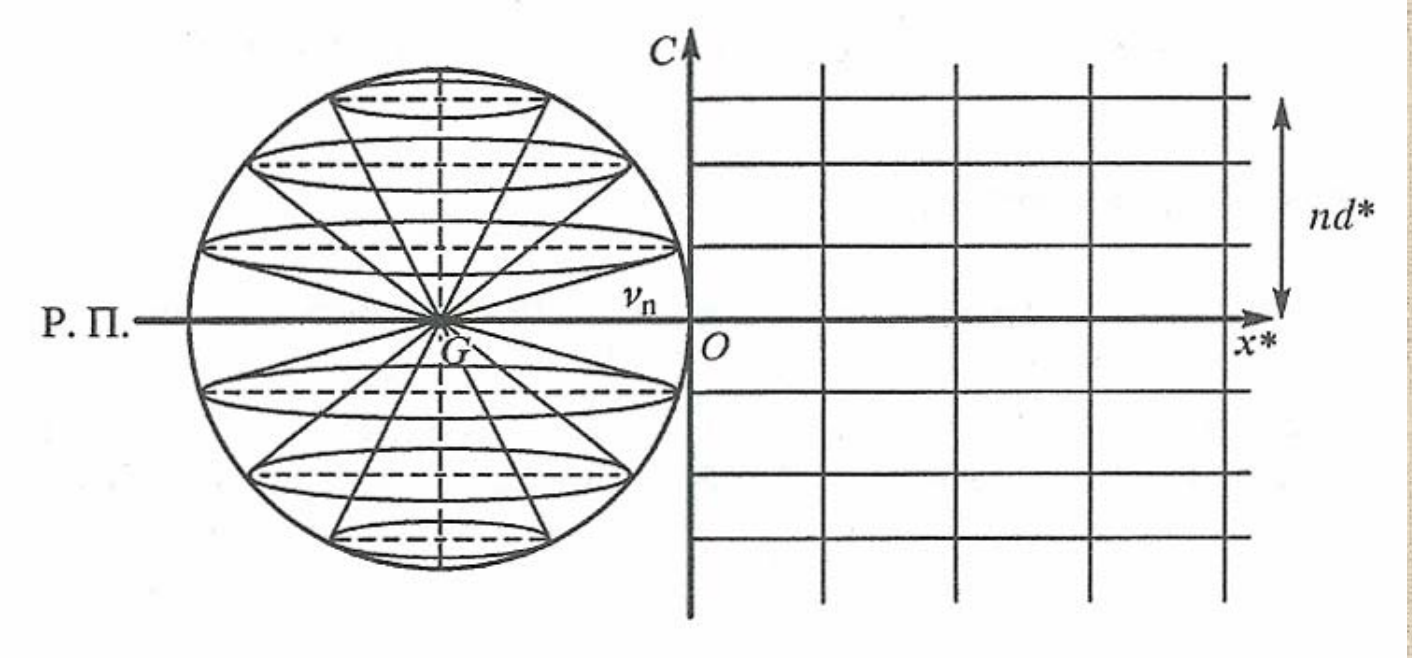
1. Состояние образца (аморфный, поликристаллический, сросшиеся монокристаллы, монокристалл и т.п.);
2. Качество монокристалла;
3. Симметрия кристалла;
4. Определить ориентировку образца;
5. Отношений осей элементарной ячейки

Методы рентгеновского гониометра

МЕТОД РЕНТГЕНОГРАММ ВРАЩЕНИЯ (КАЧАНИЯ)

Первоначально кристалл должен быть ориентирован вдоль одного из важных направлений в кристалле (часто одна из осей симметрии), например, методом лауэграмм!!!

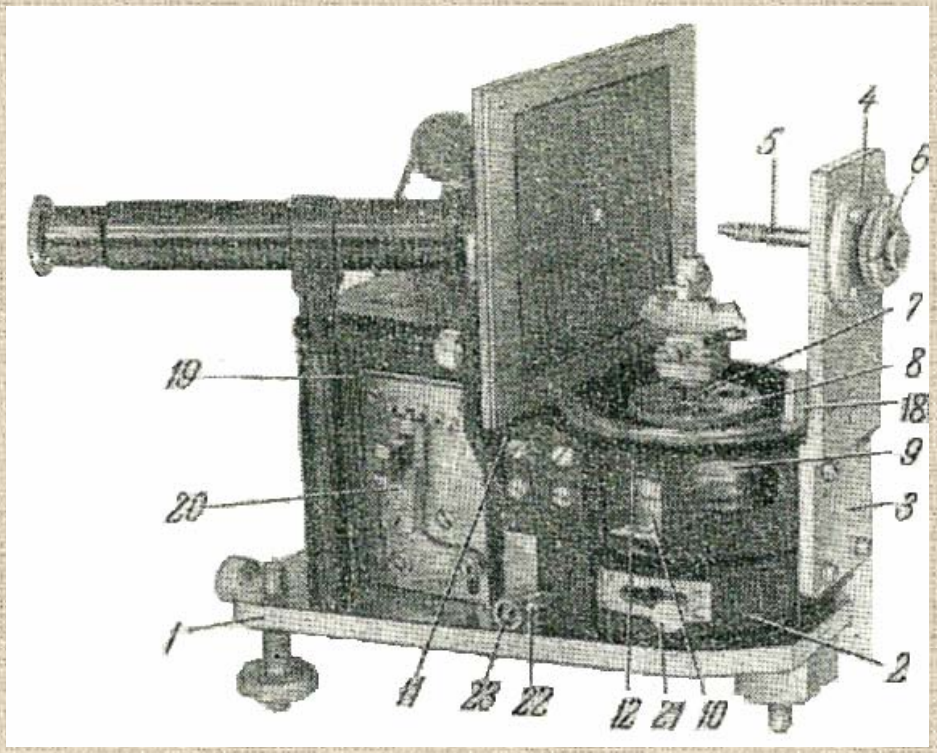
Схема образования рентгенограмм вращения



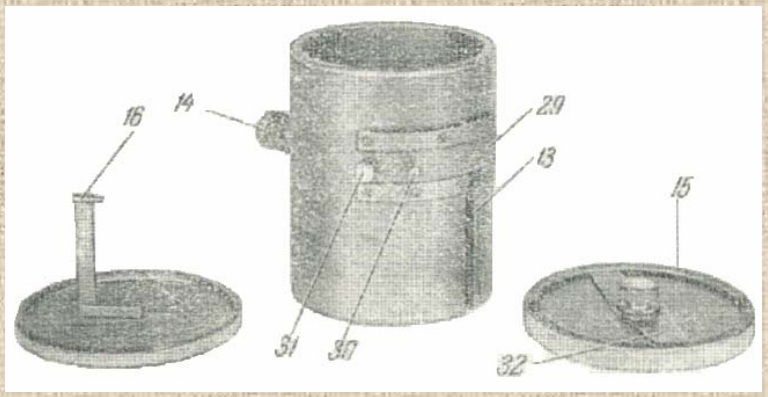
$$I = \frac{1}{d^*} = n\lambda \cdot \left[1 + \left(\frac{R_c}{y_n}\right)^2\right]^{1/2}$$

d^* - межплоскостное расстояние вдоль направления С в обратной решетке;
n – номер слоевой в обратной решетке;
R_c- радиус фотокассеты;
y_n – расстояние между нулевой и n–ой слоевыми линиями

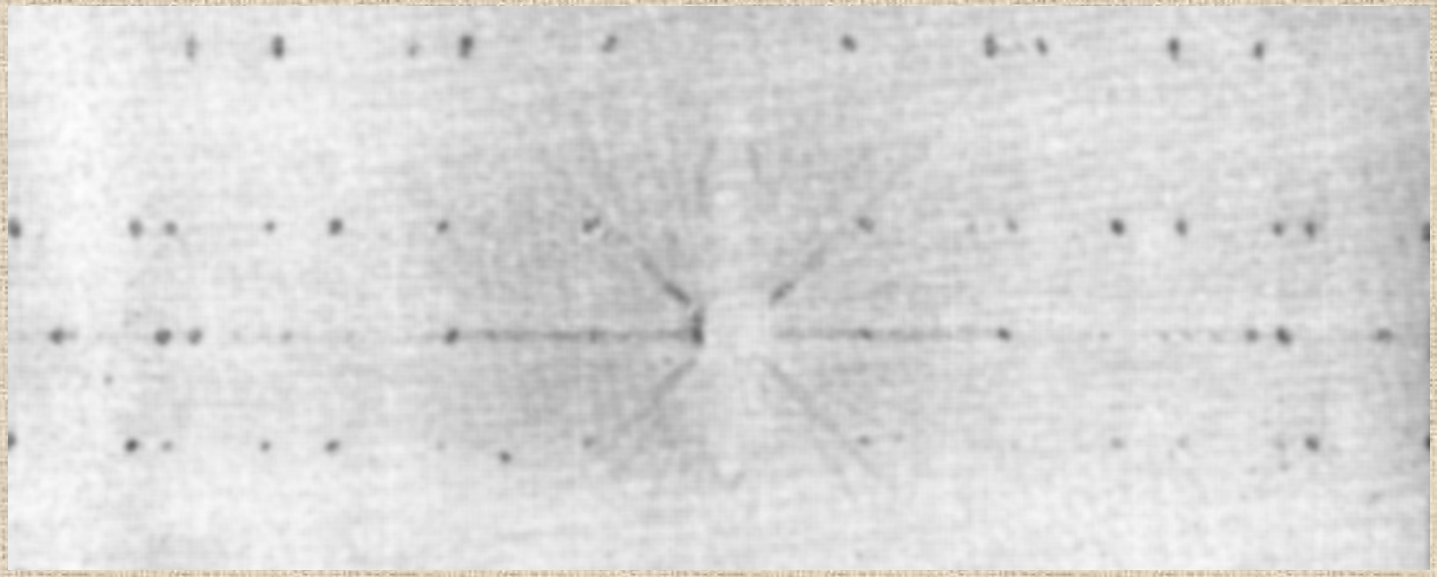
Внешний вид камеры РКВ-86 (разработка физ-фак МГУ)



Камера с плоской кассетой



Цилиндрическая кассета

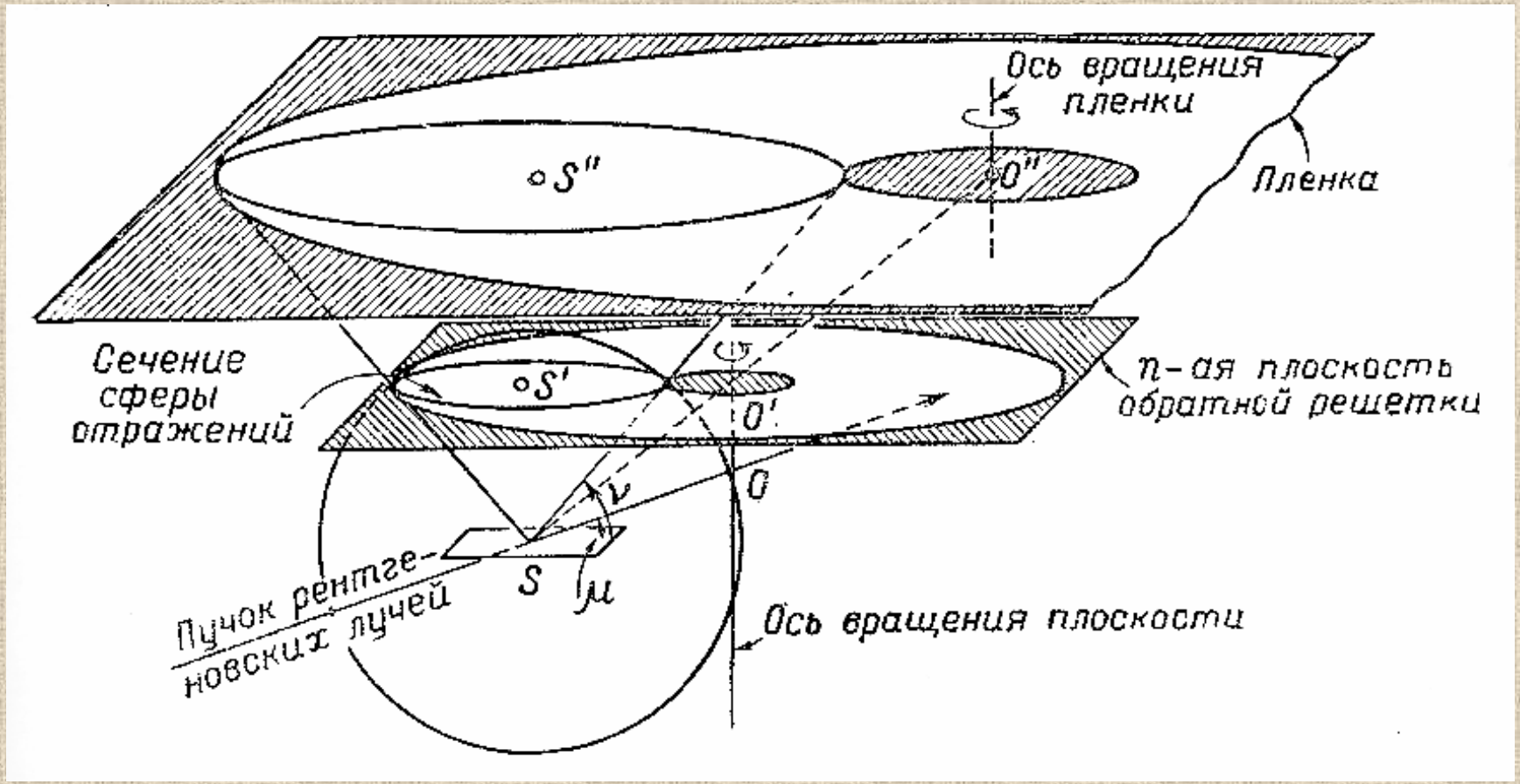


Рентгенограмма вращения монокристалла кварца ориентированного вдоль оси С на нефильтрованном Fe-излучении

Метод позволяет определять величины параметров элементарной ячейки, законы погасания рефлексов и пространственную группу.

МЕТОДЫ РЕГИСТРАЦИИ СЕЧЕНИЙ ОБРАТНОЙ РЕШЕТКИ

Рентгеновская схема де-ИОНГА – БОУМАНА фотографирования неискаженного сечения обратной решетки



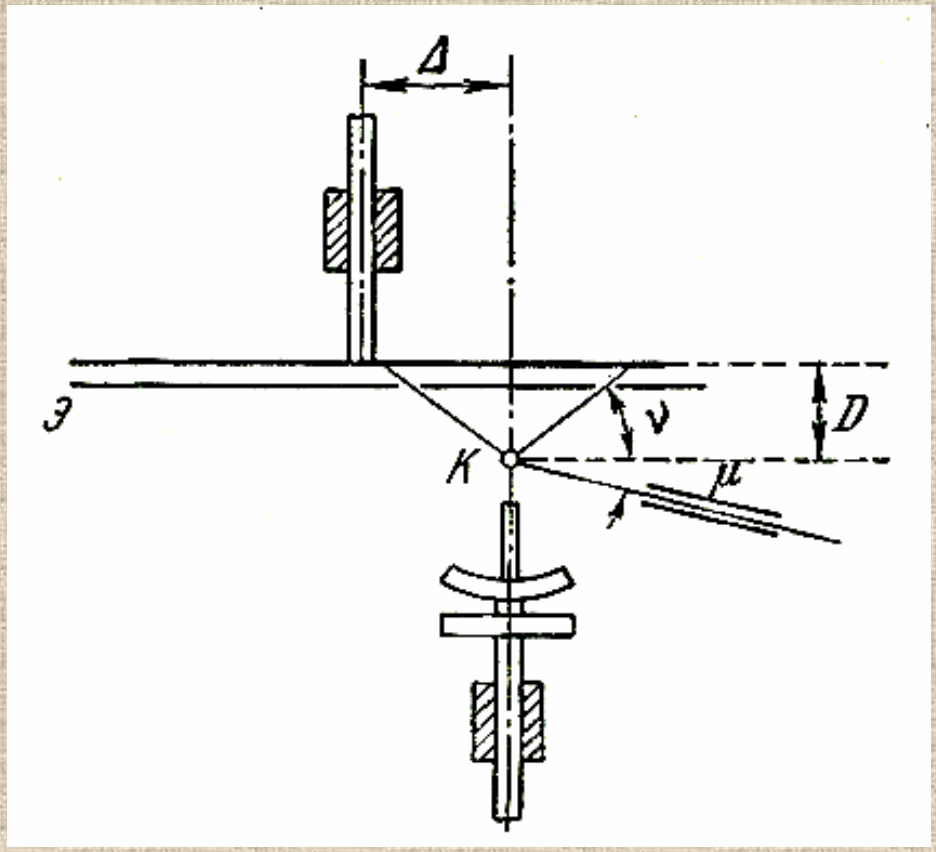


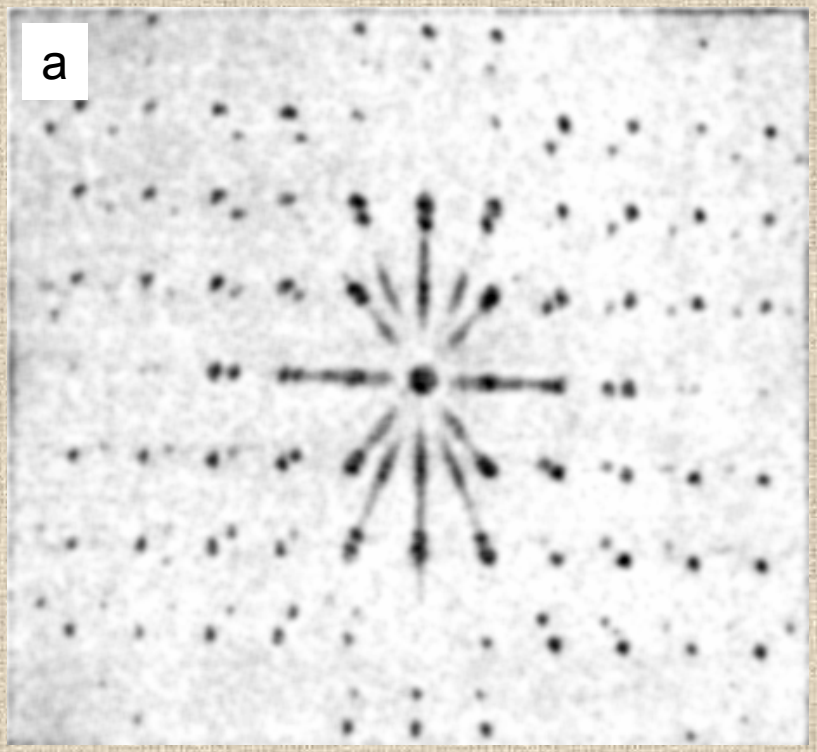
Схема рентгенгониометра КФОР.

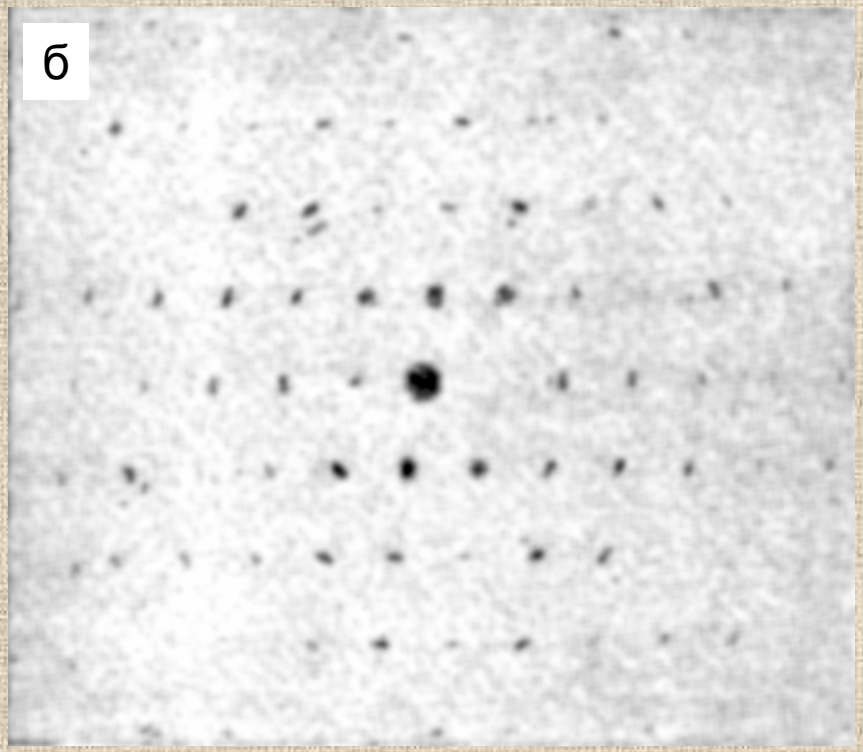
***К*-оптический центр камеры;**

***Э*-экран, выделяющий слоевую линию**
и определяющий угол ν;

***D*-расстояние кристалл-фотопленка;**

***Δ*-расстояние между осями вращения кристалла и пленки**





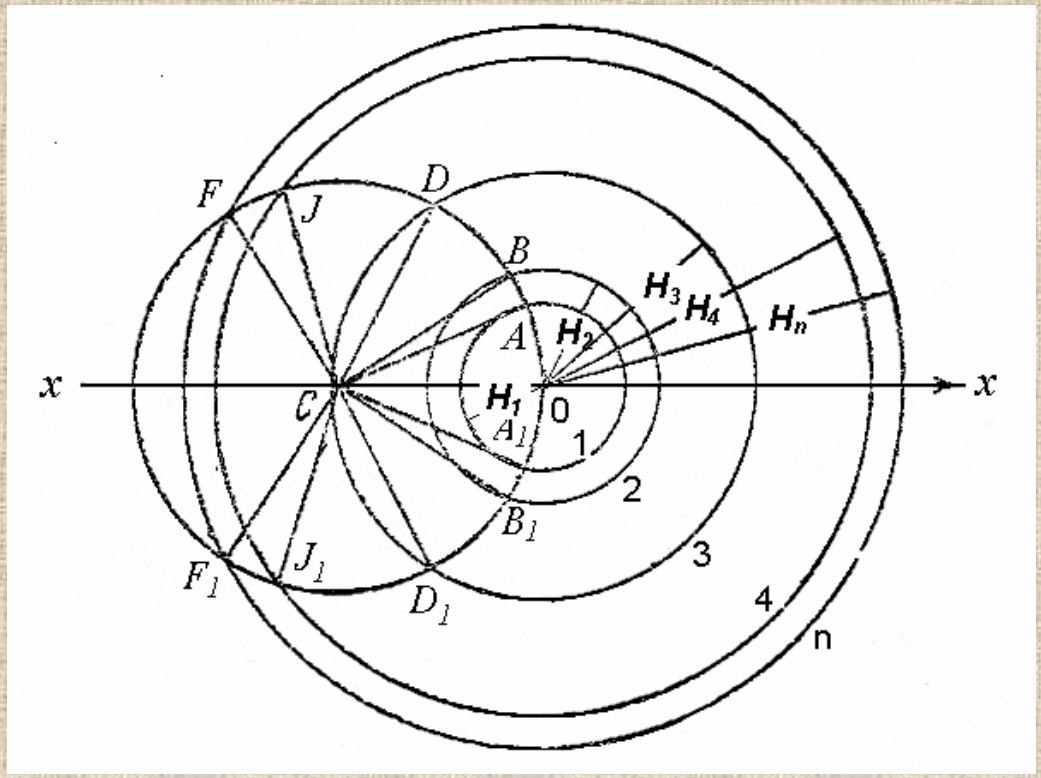
Рентгенограммы КФОР полученные на моноклинном монокристалле дифторстилбена. а)-нулевая слоевая обратной решетки a*b*; б)- первая слоевая a*b*

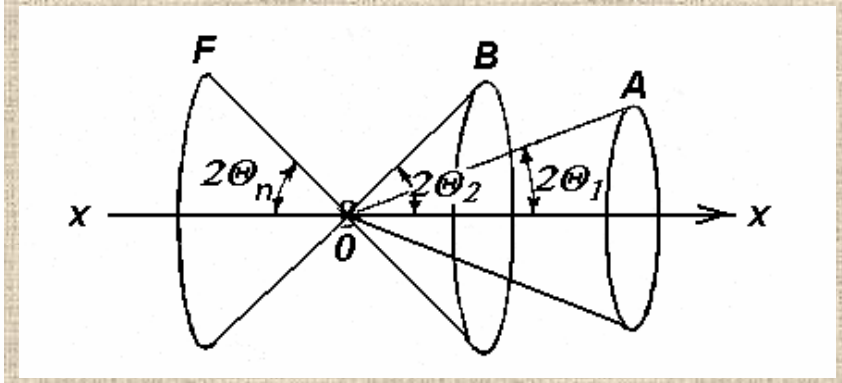
Метод регистрации неискаженной обратной решетки позволяет:

1. Исследовать сечения обратной решетки на предмет погасаний рефлексов;
2. Определять все параметры обратной решетки;
3. Измерять методом фотометрирования интенсивности рефлексов;
4. Самый наглядный метод работы с обратной решеткой

МЕТОД ДЕБАЯ-ШЕРЕРА

Схема получения рентгенограмм по методу ДЕБАЯ-ШЕРЕРА

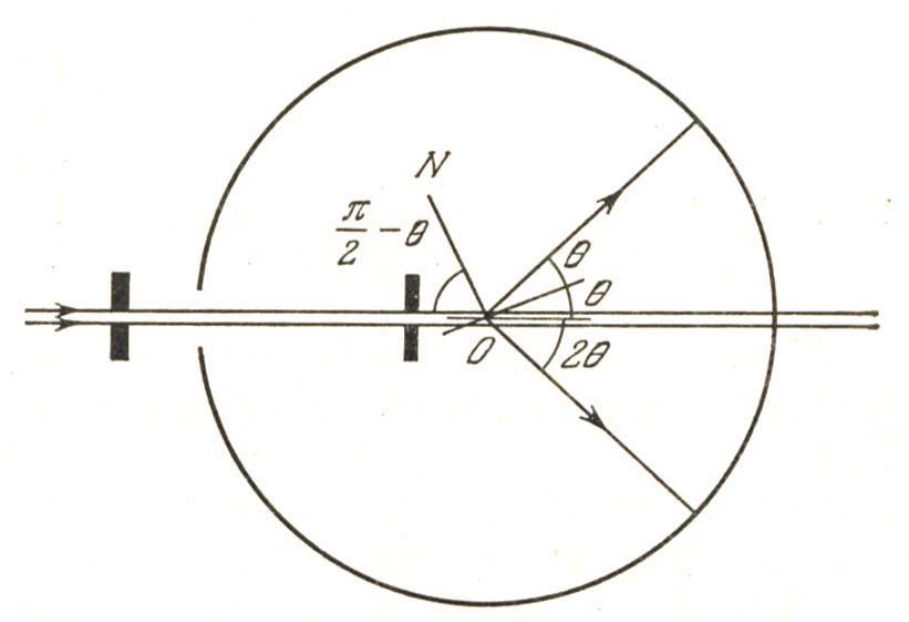




$$\overline{I(\mathbf{S})} = N \cdot \sum_{j}^{n} \sum_{j'}^{n} f_j f_{j'} \cdot \frac{\sin\left(\mathbf{S}, \mathbf{r}_{jj'}\right)}{\left(\mathbf{S}, \mathbf{r}_{jj'}\right)}$$

Это соотношение получило название уравнения Дебая

Геометрическая схема получения порошковых рентгенограмм (рентгенограмм Дебая-Шерера)



$$2d\sin\theta = \lambda$$

$$\sin\theta = \frac{\lambda}{2}\cdot\frac{1}{d}$$

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

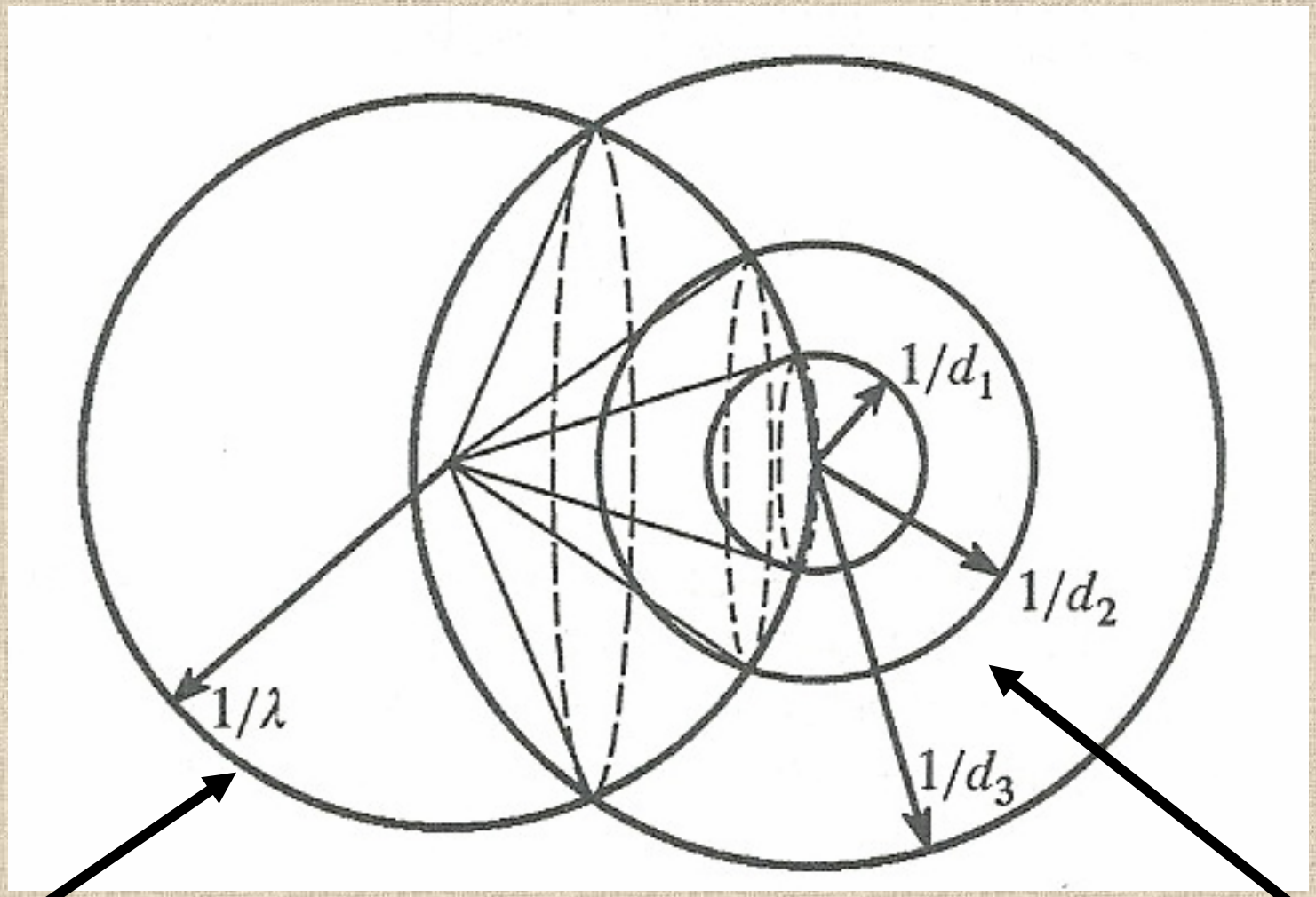
$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\sin\theta = \lambda \cdot \frac{1}{d}$$

Для кубической системы

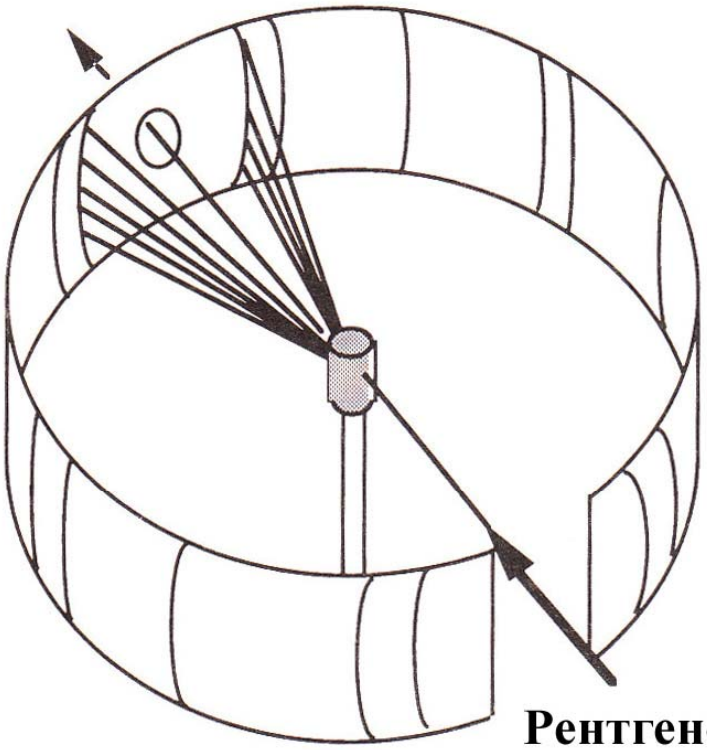
$$\frac{1}{d} = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a}$$

Схема получения рентгенограмм по методу ДЕБАЯ-ШЕРЕРА

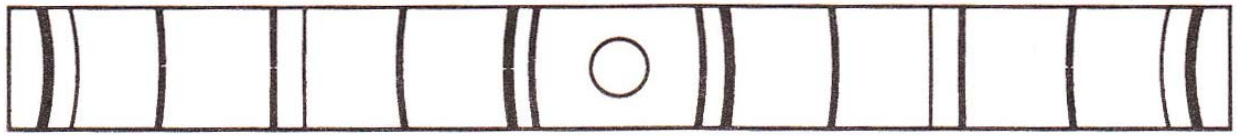


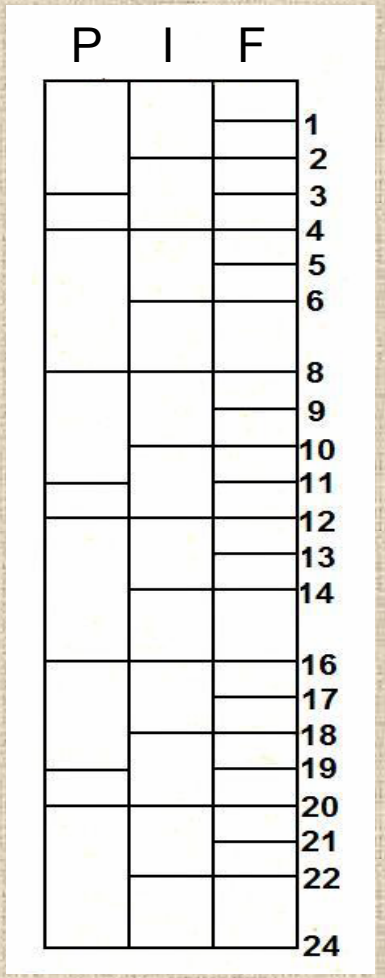
Сфера Эвальда

Модель поликристалла в обратном пространстве



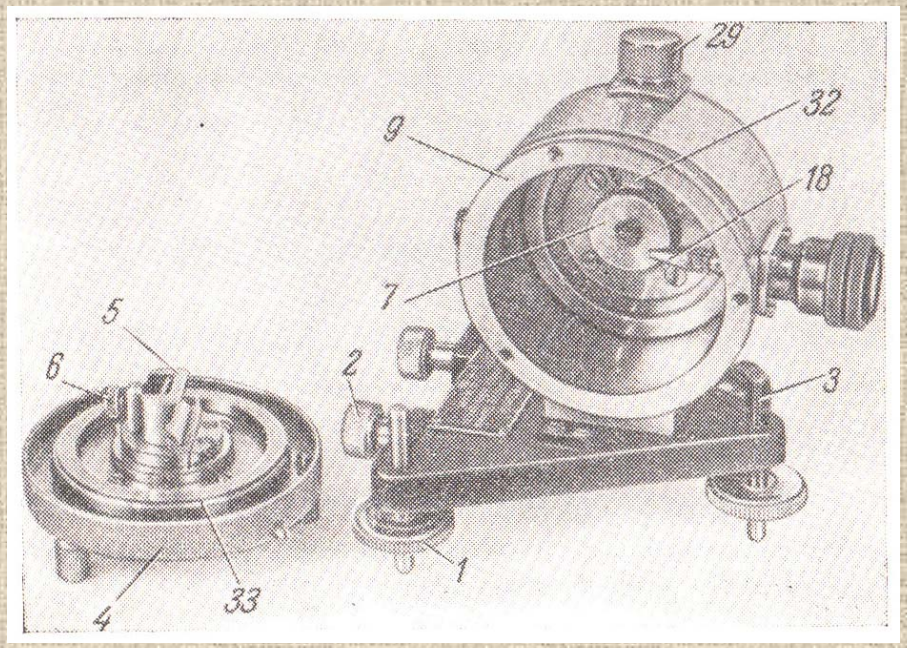
Рентгеновский пучок

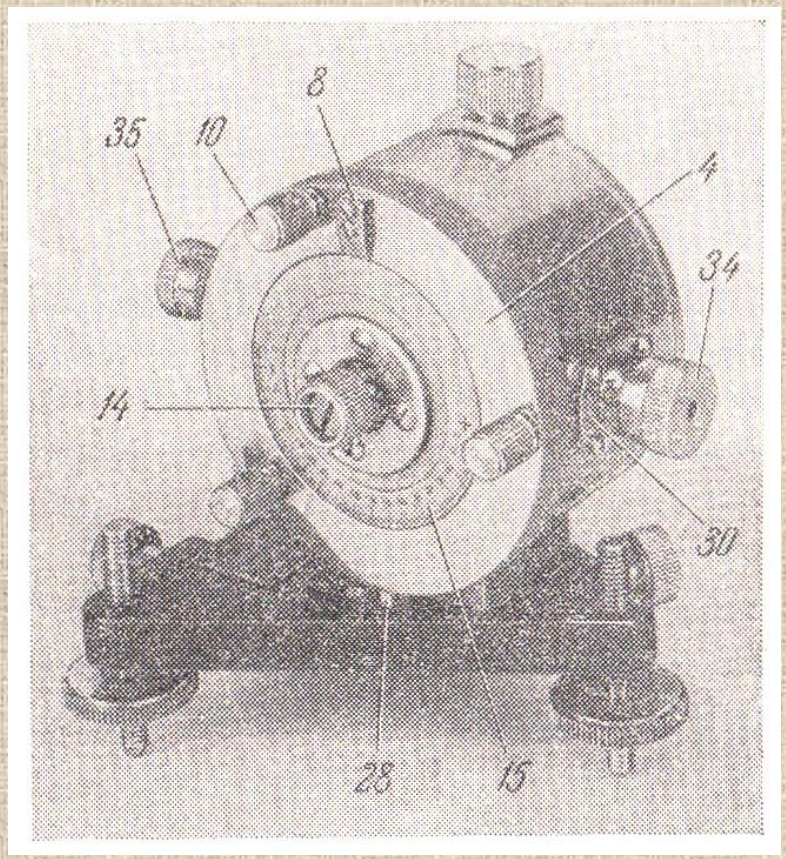




Дебаеграммы кубического кристалла

Внешний вид рентгеновской камеры РКД для получения порошковых рентгенограмм - дебаеграмм





Какую информацию можно получить из анализа дебаеграмм?

1. Параметры элементарной ячейки a,b,c,α,β,γ;
2. Симметрия решетки, пространственная группа, тип решетки Браве, а в некоторых случаях и координаты атомов в элементарной ячейке (метод Ритвельда);
3. Сведения о текстуре образца;
4. Определение фактора Дебая-Валлера

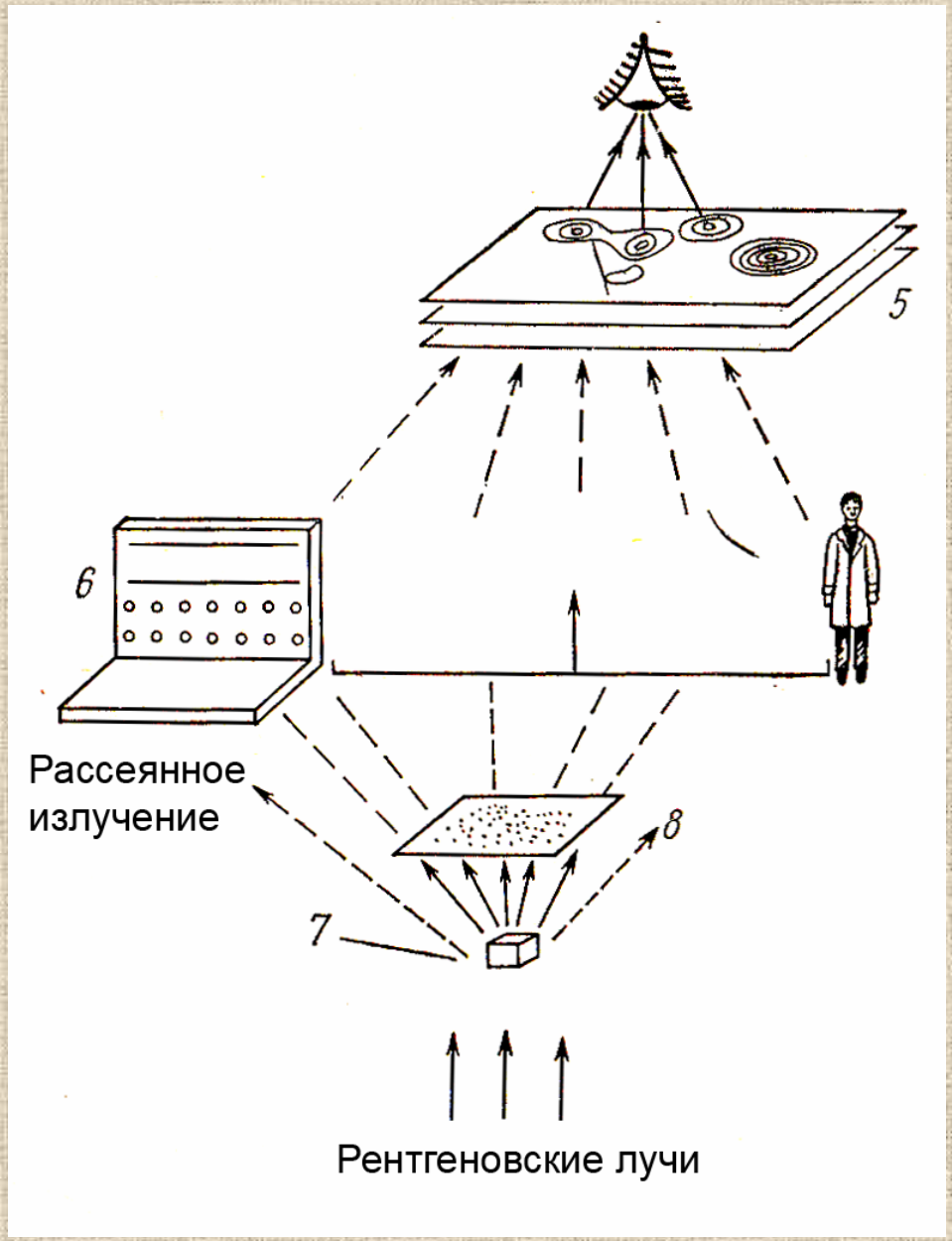
Второй этап РСА

Определение положений атомов в элементарной ячейке.

Определение начальных фаз в структурном анализе. Общая схема второго этапа анализа структуры

- **Метод межатомной функции (метод Паттерсона)**
- **Статистический метод определения начальных фаз**
- **Метод минимизации структурного функционала**
- **Автоматизация рентгеноструктурных расчетов**
- **Точность определения кристаллических структур**

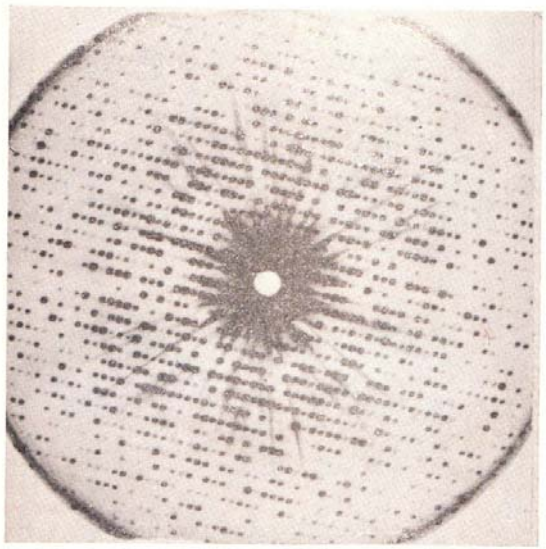
Общая схема рентгеноструктурного анализа



2-й этап

Экспериментально измеряется массив интенсивностей $\{I(h,k,l)\}$

$$I(h,k,l) = \alpha \cdot \left|F(h,k,l)\right|^2$$



Рентенограмма кристалла миоглобина, полученная методом прецессии (КФОР). Представлен один из слоев неискаженной обратной решетки. Радиальные полосы возникают за счет того, что рентгеновские лучи не строго монохроматичны (имеется фон белого излучения). В результате дифракционные пятна несколько размыты в радиальном направлении.

В зависимости от сложности структуры количество измеренных интенсивностей может составлять от единиц до десятков тысяч отражений

Если бы мы знали фазы рефлексов мы могли бы составить трехмерные карты распределения электронной плотности в объеме элементарной ячейки

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V_c}\sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

$$F(hkl) = \left|F(hkl)\right| \cdot e^{i\alpha(hkl)} =$$

$$= A(hkl) + iB(hkl)$$

$$\alpha(hkl) = arctg(B/A)$$

$$\left|F(hkl)\right| = \left(A^2 + B^2\right)^{1/2}$$

3-й этап

Построение пробных структур.

а) Метод проб и ошибок

б) Метод функций Паттерсона

в) Метод тяжелого атома

г) Метод изоморфного замещения

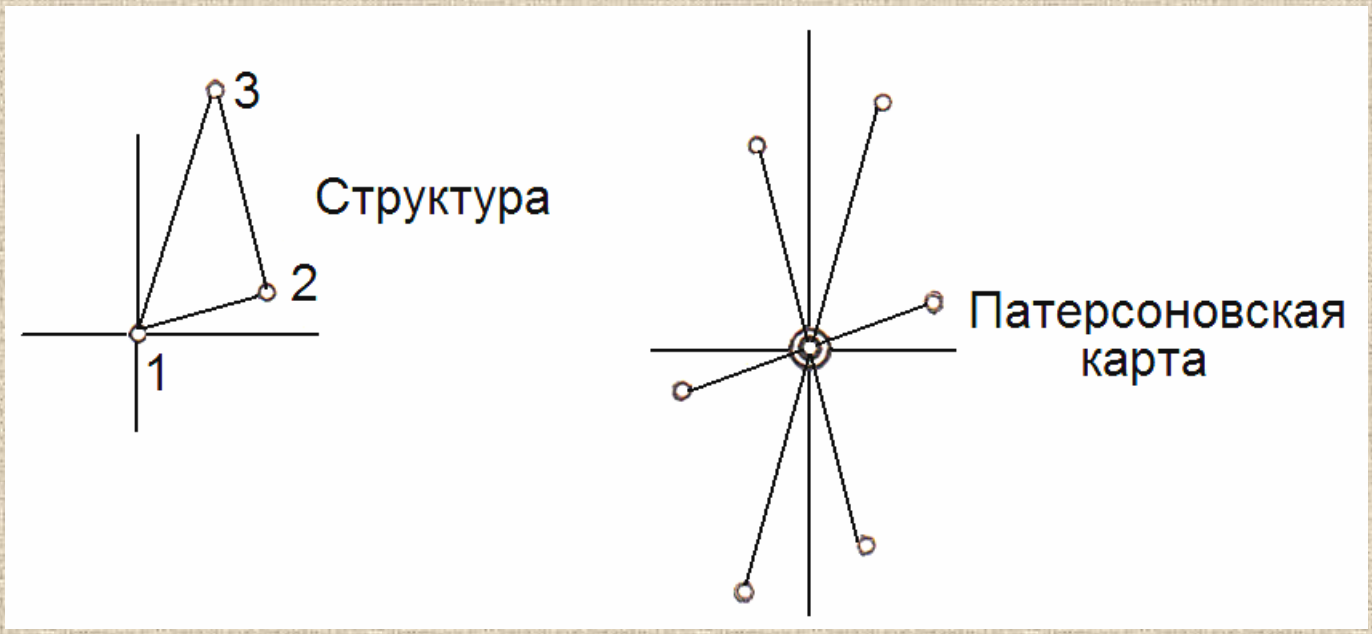
д) Аналитические методы прямого определения фаз

$$P(UVW) = \frac{1}{V_c} \sum_{\mathbf{H}} \left| F(\mathbf{H}) \right|^2 \cdot e^{-2\pi i(hU+kV+lW)}$$

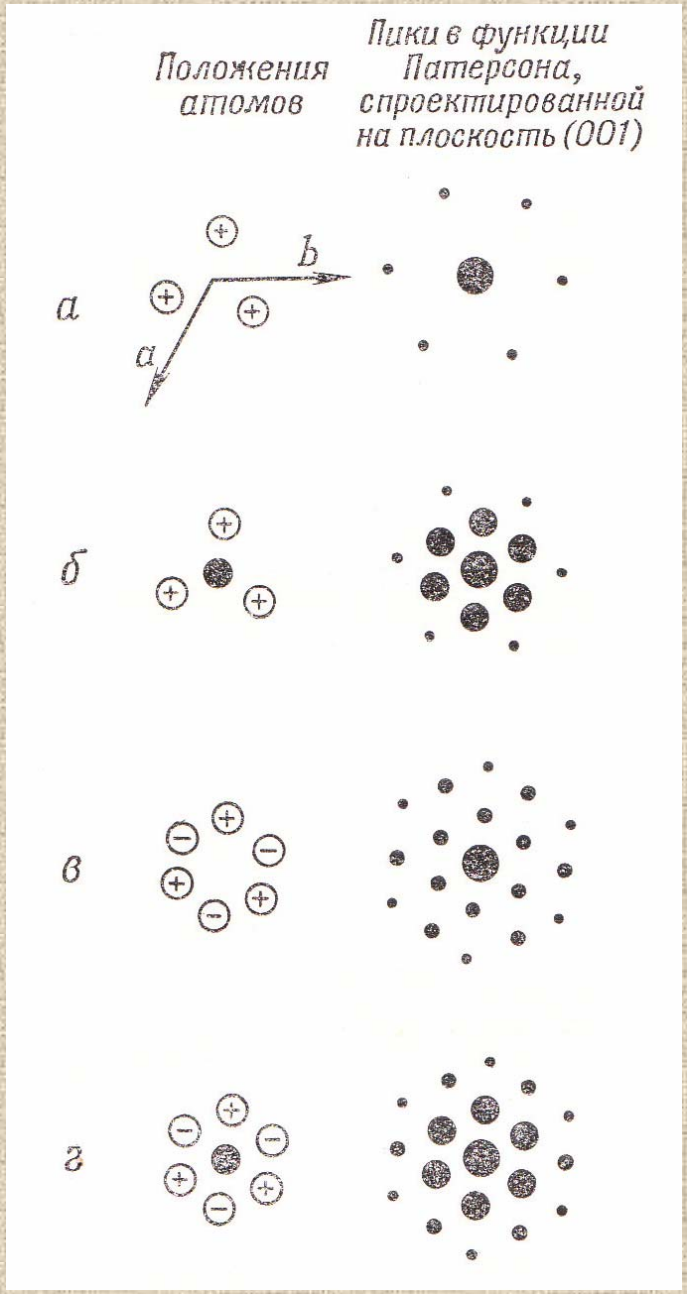
- Функция Паттерсона

Максимумы на карте Паттерсона образуются в точках, расстояние которых от начала координат соответствуют по величине и направлению расстояниям между атомами в кристалле

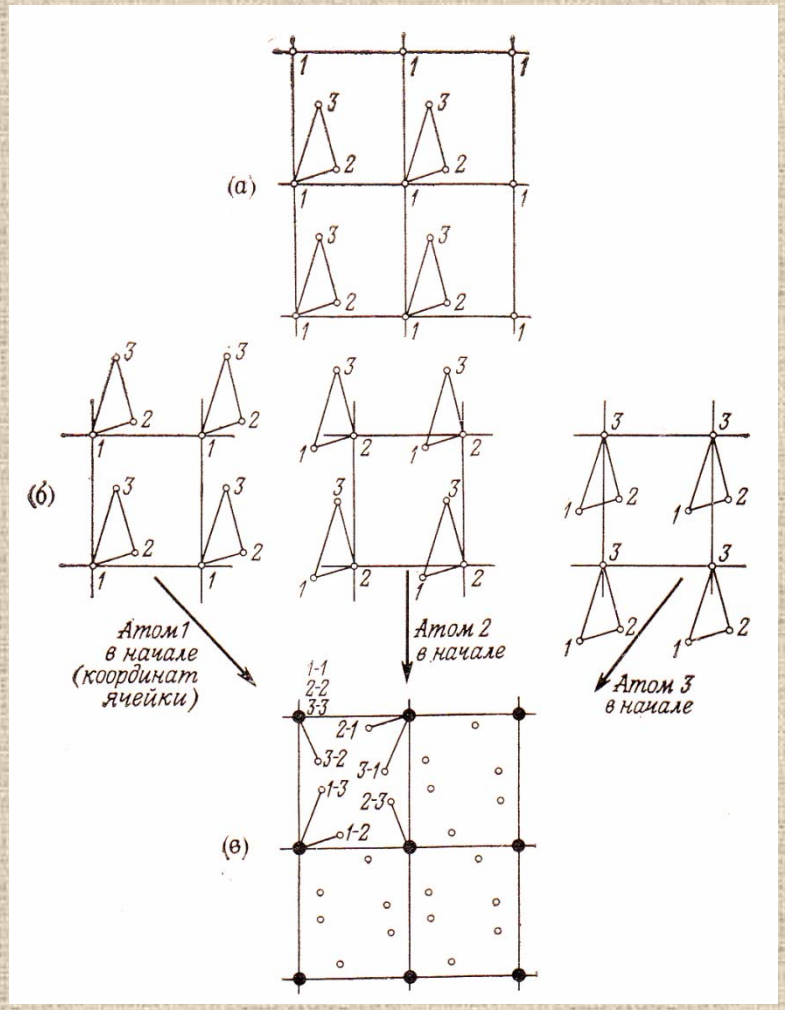
$$P(UVW) = \frac{1}{V_c} \sum_{\mathbf{H}} \left| F(\mathbf{H}) \right|^2 \cdot e^{-2\pi i(hU+kV+lW)}$$



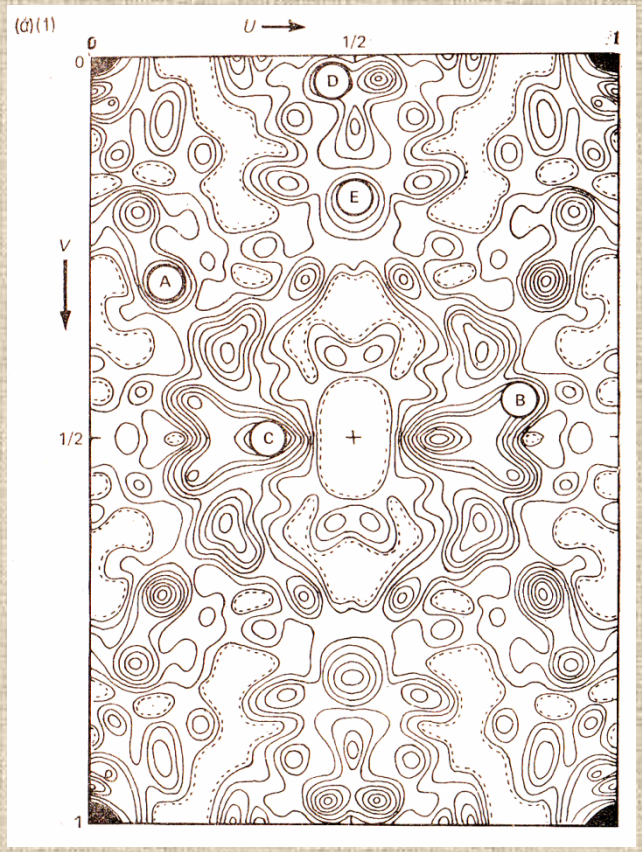
Расшифровать такую карту возможно лишь в случае, когда в структуре сравнительно мало атомов или некоторые атомы имеют большие атомные номера или известны какие либо данные о структуре


Положения атомов
Пики в функции Патерсона, спроектированной на плоскость (001)
а
б
в
г
b
a

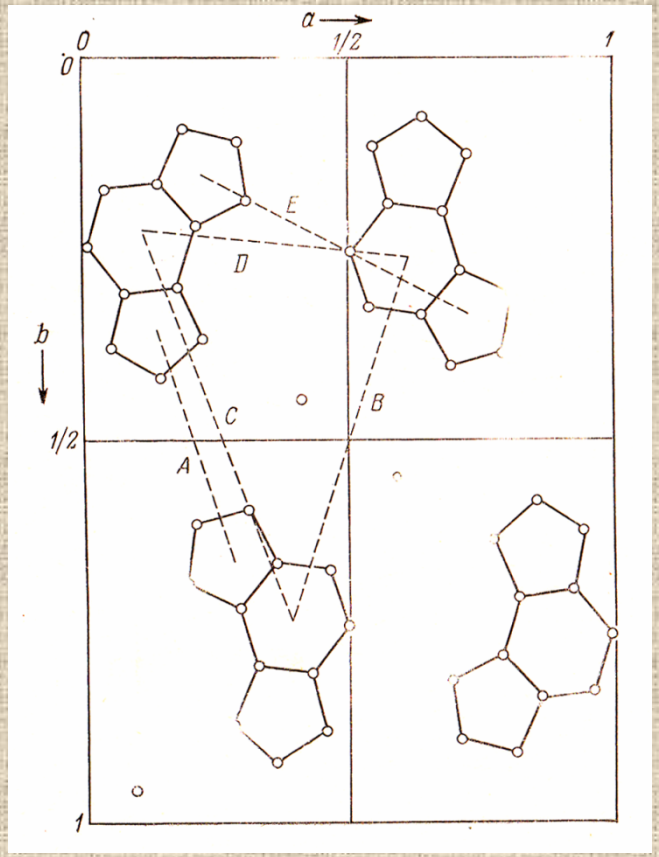
$$P(UVW) = \frac{1}{V_c} \sum_{\mathbf{H}} \left| F(\mathbf{H}) \right|^2 \cdot e^{-2\pi i(hU+kV+lW)}$$



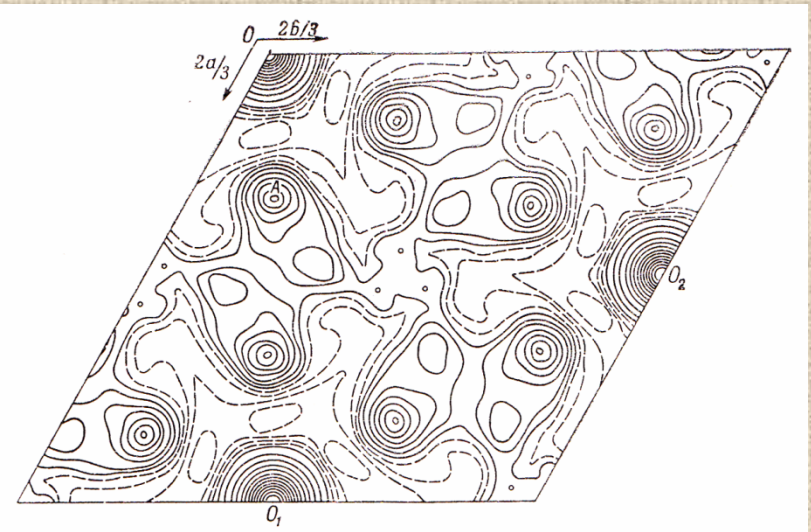
Карта Паттерсона



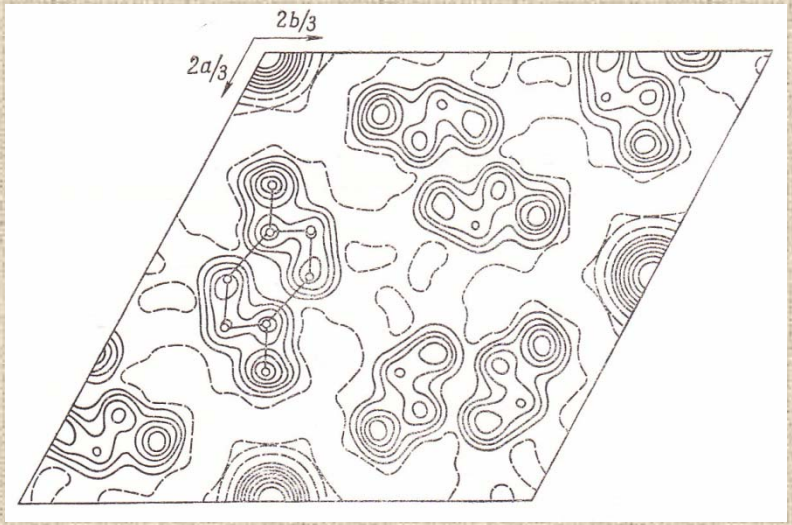
Реальная структура



Анализ паттерсоновской карты **азидопурина**



а



б

Функция Патерсона (а) и распределение электронной плоности хинола-SO_2 (б), спроектированная на плоскость (001).

4-й этап

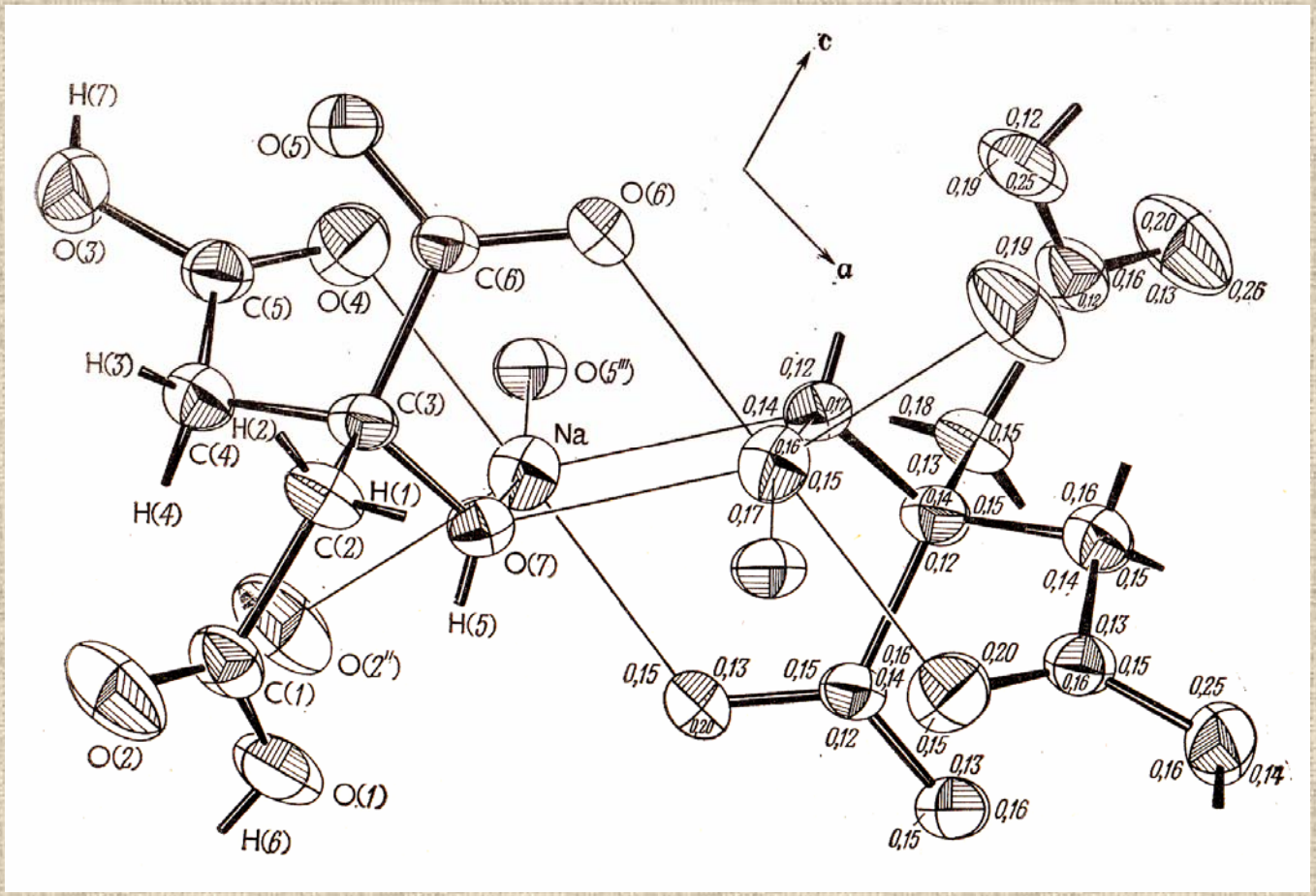
Уточнение структуры

В соответствии с теорией ошибок наилучшими параметрами структуры будут такие параметры, которые соответствуют минимуму функционала (R-фактор)

$$R = \sum_{hkl} \frac{\left|F_0(hkl) - F_c(hkl)\right|^2}{\left|F_c(hkl)\right|^2}$$

Варьируемы параметры – координаты x_j, y_j, z_j для каждого j-атома; температурные параметры каждого атома (их число может достигать шести, если колебания представляются в виде элипсоида; масштабный фактор для экспериментальных наблюдений.

В общем случае для структуры с N независимыми атомами приходится уточнять 9N+1 параметров.



На рисунке показаны анизатропные колебательные движения атомов внутри молекул дигидроцитрата натрия. Анизатропные движения атомов описывается тепловыми эллипсоидами. Представлен фрагмент элементарной ячейки кристалла состоящий из двух молекул дигидроцитрата и двух ионов натрия сгруппированных около центра симметрии, а также два атома кислорода (O5 и O2). Жирными линиями показаны ковалентные связи, тонкими – отмечены координационные связи атомов кислорода с ионами натрия. Три числа около эллипсоидов соответствуют среднеквадратичным смещениям атомов (Å) вдоль трех осей эллипсоида.

1. М.Бюргер Структура кристаллов и веторное пространство, Москва, ИЛ 1961
2. Г.Липсон, В.Кокрен Определение структуры кристаллов, Москва, ИЛ, 1956
3. Дж.Гласкер, К.Трублад Анализ кристаллической структуры, Москва, Мир,1974
4. Б.Я.Пинес Лекции по структурному анализу, Харьков, ХГУ, 1957
5. Г.С.Жданов Основы рентгеноструктурного анализа, Москва, Гостехиздат, 1940
6. Г.Б.Бокий, М.А. Порай-Кошиц Практический курс рентгеноструктурного анализа т.2, Москва, МГУ, 1960 с.632

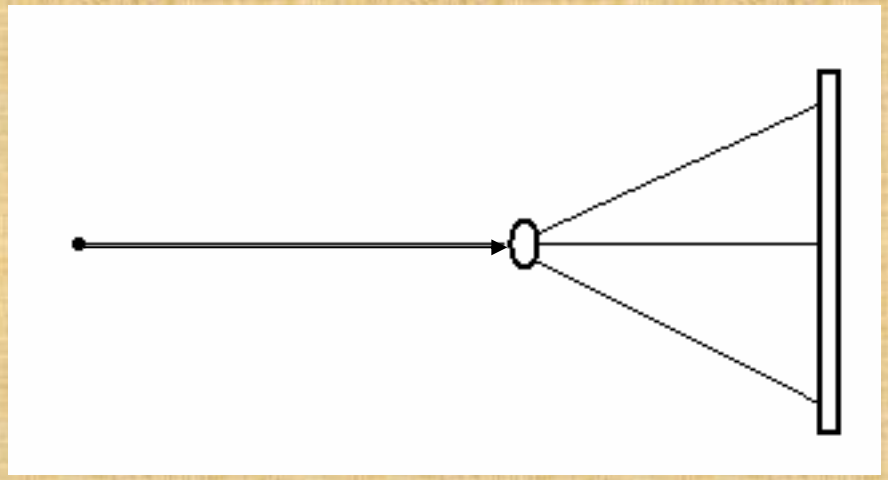
Дифракционные методы изучения реальной структуры кристаллов

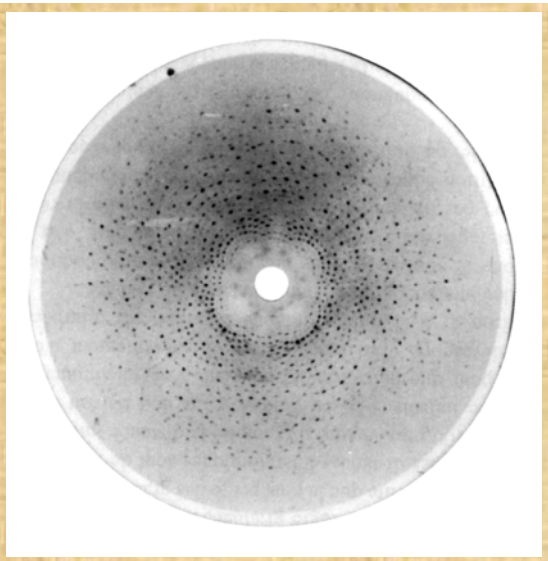
Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

I. ИНТЕГРАЛЬНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

Источники информации в структурном анализе





1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

3. Тонкая структура дифракционных рефлексов и диффузного рассеяния → **Реальная структура кристаллов - дефекты, нарушения совершенства кристаллов**

Методы исследования реальной структуры кристаллов

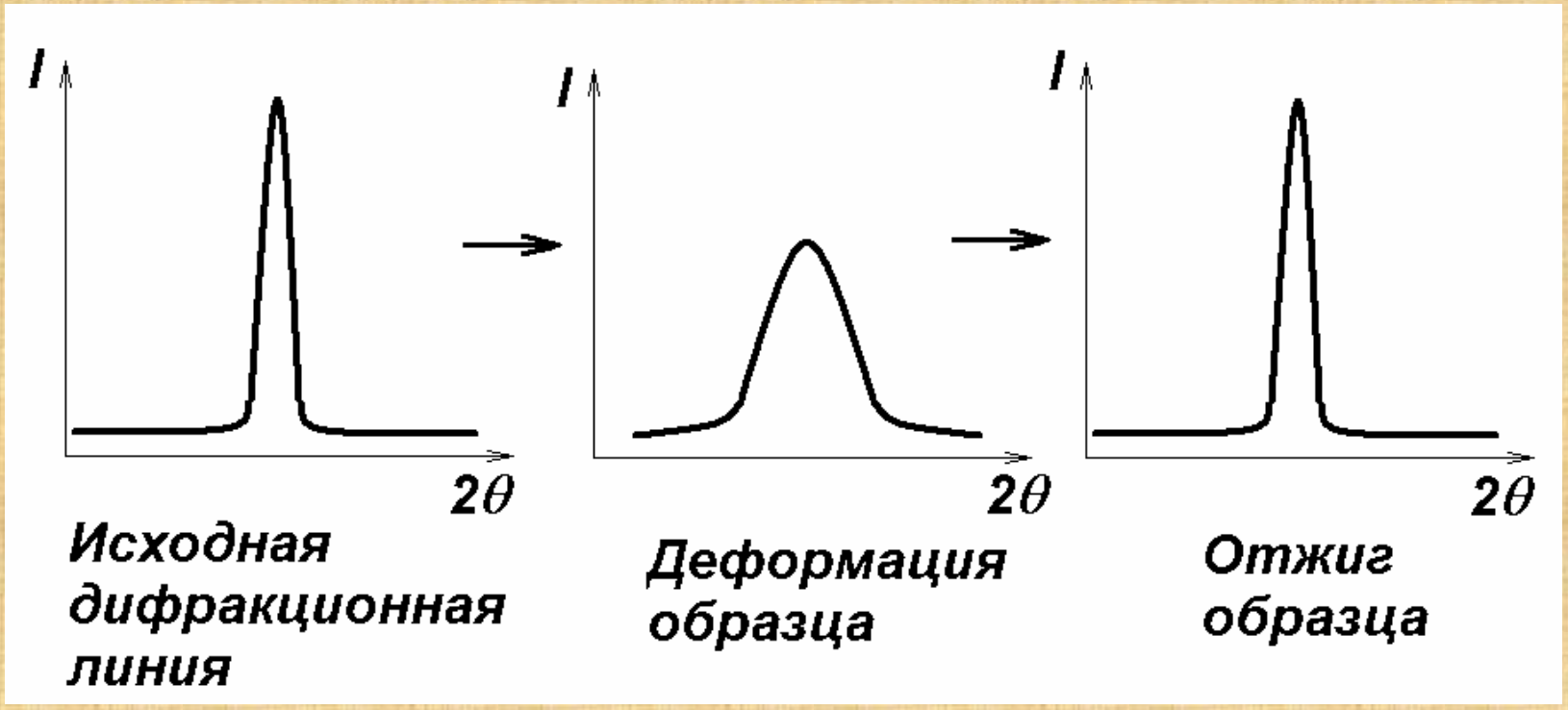
Интегральные методы исследования реальной структуры кристаллов.

1. Изучение формы дифракционных рефлексов
2. Изучение диффузного рассеяния

Прямые методы наблюдения и изучения дефектов в кристаллах

1. Рентгеновская микроскопия (топография)
2. Электронная микроскопия на просвет (TEM, HREM)
3. Сканирующая ЭМ (SEM)
4. Рентгеновский микроанализ
5. Дифракционные методы исследования поверхности

Еще в тридцатые годы целым рядом исследователей было замечено, что пластическая деформация кристаллов вызывает увеличение ширины рентгеновских дифракционных линий, причем последующие процессы отжига могут приводят к их уменьшению и даже восстановлению первоначального значения.



Было установлено, что существует качественная связь между механическими, физическими, химическими характеристиками вещества и шириной и формой дифракционных линий и диффузного рассеяния.

Последующее развитие теории дифракции подтвердило эти наблюдения.

Работы, направленные на построение динамической теории рассеяния для искаженных кристаллов, продолжаются уже более пятидесяти лет. Одной из первых попыток в этом направлении следует считать работу С.Такаги [J.Phys.Soc.Japan,1958,13,2,278], в которой в динамическом приближении учтены смещения атомов, обусловленные тепловыми колебаниями.

В работах П.Дедерикса [Phys.Stat. Sol.,1967,23,1,377] динамическая теория была обобщена на случай кристаллов, содержащих статистически распределенные точечные дефекты. Эти исследования получили дальнейшее развитие в работах Ю.М.Кагана и А.М.Афанасьева (Курчатовский институт).

Большое значение для понимания механизмов рассеяния РЛ в реальных кристаллах имели работы по изучению дифракции в упруго изогнутых кристаллах (P.Pening, D.Polder Anomalous Transmission of X-ray in Elastically Deformed Crystals, Phil.Res.Rep.,1961,16,5,419-440).

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

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

Это позволило в рамках единого подхода учесть влияния дефектов (как тепловых колебаний решетки, так и для статистически распределенных дефектов в кристалле) на параметры рассеяния путем введения статического фактора Дебая -Валлера e^{-L}. Как показывают соответствующие оценки, для дефектов, принадлежащих к первой группе параметр $L<<1$, и наоборот $L>>1$ - для дефектов второй группы. Эти результаты обобщены на случай кинематического рассеяния в работе [А.М.Кривоглаз Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах, Наукова думка, Киев, 1983, 407с].

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 и формы, а с другой - к появлению диффузного фона в пространстве обратной решетки.

Таким образом измерения тонкой структуры (распределения интенсивности брегговских рефлексов (узлов обратной решетки), измерения диффузного фона и последующего определения интерференционных коэффициентов поглощения могут давать богатую информацию о дефектах кристаллической решетки, их количестве, типе и распределении в кристалле.

Совокупность этих дифракционных методов получила название *интегральных методов* исследования реальной структуры кристаллов.

Кинематическая теория рассеяния даёт следующие соотношения для интенсивности дифракционных рефлексов

$$I = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2(\mathbf{H}) \cdot \mathrm{F}^2(h,k,l) \cdot e^{-2M}$$

$$\mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]} \qquad \mathrm{F}(hkl) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i(u_m h + v_m k + w_m l)}$$

$$M = 8\pi^2 \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2 \cdot \overline{u_s^2}$$

Кинематическая теория рассеяния разработанная А.М.Кривоглазом для кристаллов со статически распределенными дефектами приводит к следующему соотношению для интенсивности

$$I = \left(\frac{E_0}{R} \right) \cdot L^2(\mathbf{H}) \cdot F^2(\mathbf{H}, \mathbf{r}_j) \cdot e^{-2M} \cdot e^{-L}$$

e^{-L} -Статический фактор Дебая-Кривоглаза

НЕКОТОРЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАЗВИТИЯ 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. Поэтому ниже мы ограничимся лишь качественным рассмотрением.

Многочисленными исследованиями 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

$$\mu_0 \to \mu_0 = \mu_0 + \mu_{ds}(\theta) \qquad \mu_H \to \mu_H = \mu_H \cdot e^{-L}$$

следовательно, эффективный интерференционный коэффициент поглощения будет равен

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

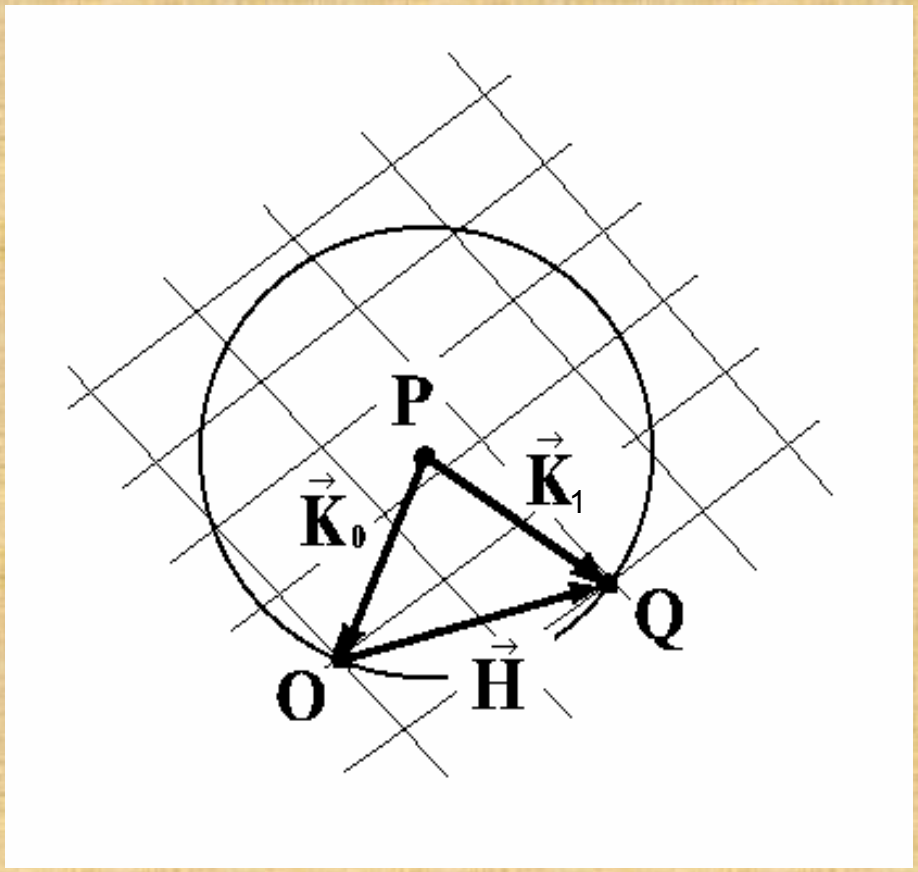
Слагаемое с индексом *ds* связано с перекачкой когерентного излучения в диффузный фон, т.е. с дополнительным ослаблением брегговских рефлексов.

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}\left(\mathbf{k}_1, \mathbf{H}\right)$$
$$\mathbf{H} = \mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0$$

$$\Rightarrow \quad I = \left|\mathbf{E} \times \mathbf{E}^*\right| = I\left(\mathbf{k}_1, \mathbf{H}\right)$$

$$\begin{cases} -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1} C \mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C \mathbf{D}_0 - \alpha(r) \cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot (\mathbf{H}_{HKl}, \mathbf{U}(\mathbf{r}))$$



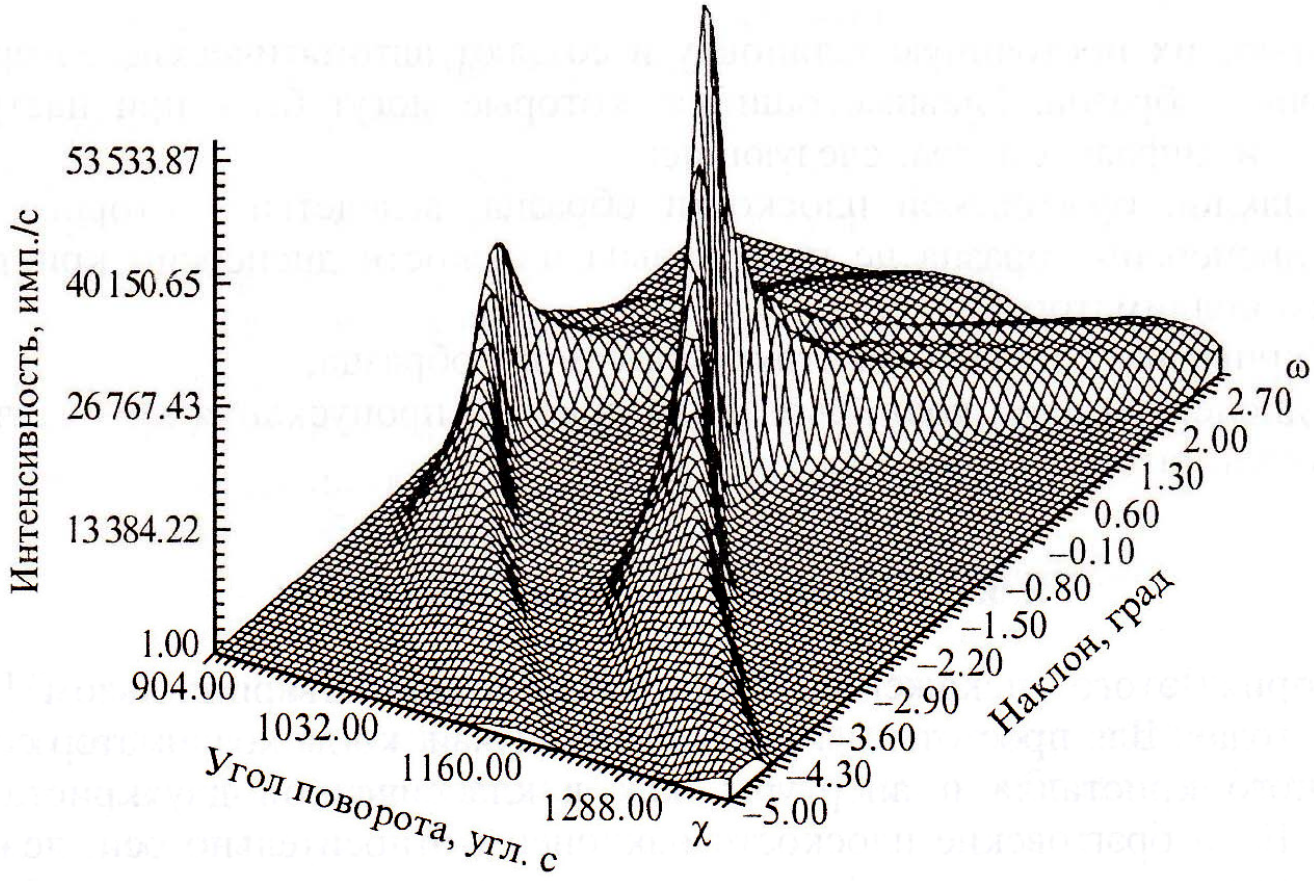
$$\mathbf{E} = \mathbf{E}\left(\mathbf{k}_1, \mathbf{H}\right)$$

$$\mathbf{H} = \mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0$$

$$I = \left|\mathbf{E} \times \mathbf{E}^*\right| = I\left(\mathbf{k}_1, \mathbf{H}\right)$$

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, однако позже появились его же работы [Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами, Наукова думка, Киев,1988,196с.], в которых были получены аналитические выражения для распределения интенсивности диффузного рассеяния в динамическом случае для различного типа дефектов.

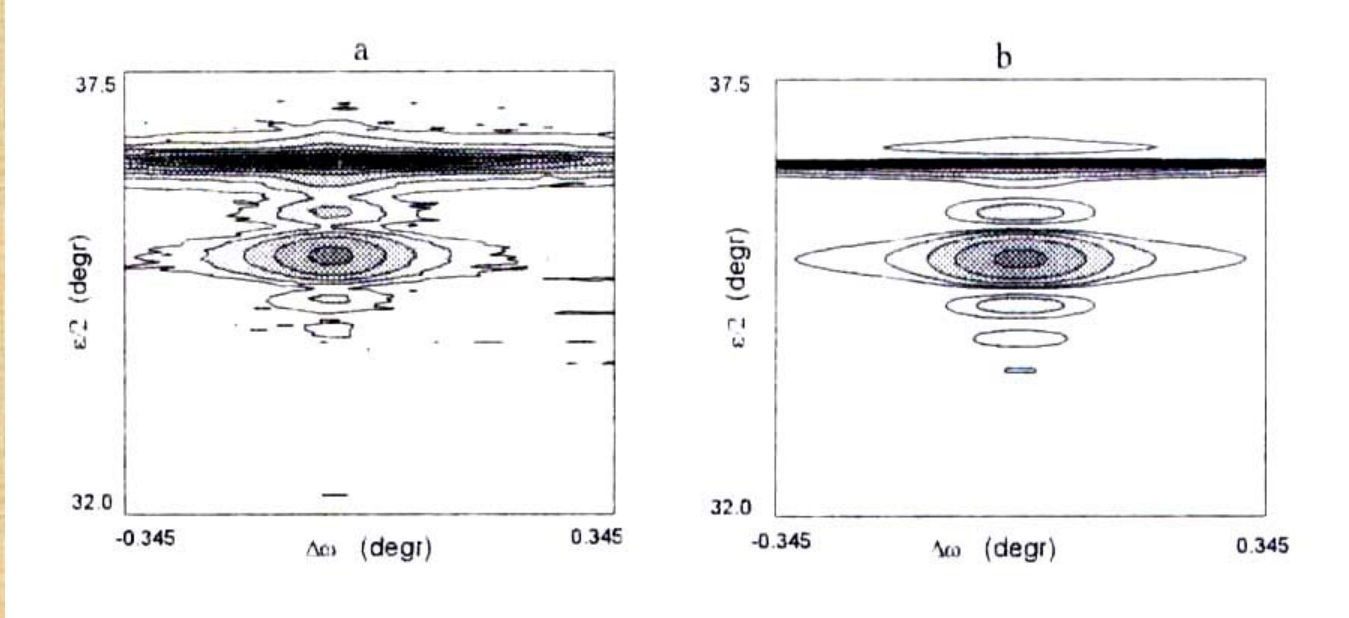
Следует подчеркнуть, что экспериментальные измерения диффузного рассеяния весьма трудоемкая задача, однако в целом ряде случаев это практически единственный способ надежного определения типа дефектов, равномерно распределенных в кристалле.



Трехмерное построение дифрагированной интенсивности как функции поворотов образца, происходящих параллельно (χ) и перпендикулярно (ω) плоскости дисперсии.

Большой пик — это пик подложки GaAs; маленький пик — пик слоя GaAlAs. Ограниченное щелью отражение от кристалла GaAs, выступающего в качестве коллиматора пучка; Cu $K_{\alpha 1}$-излучение.

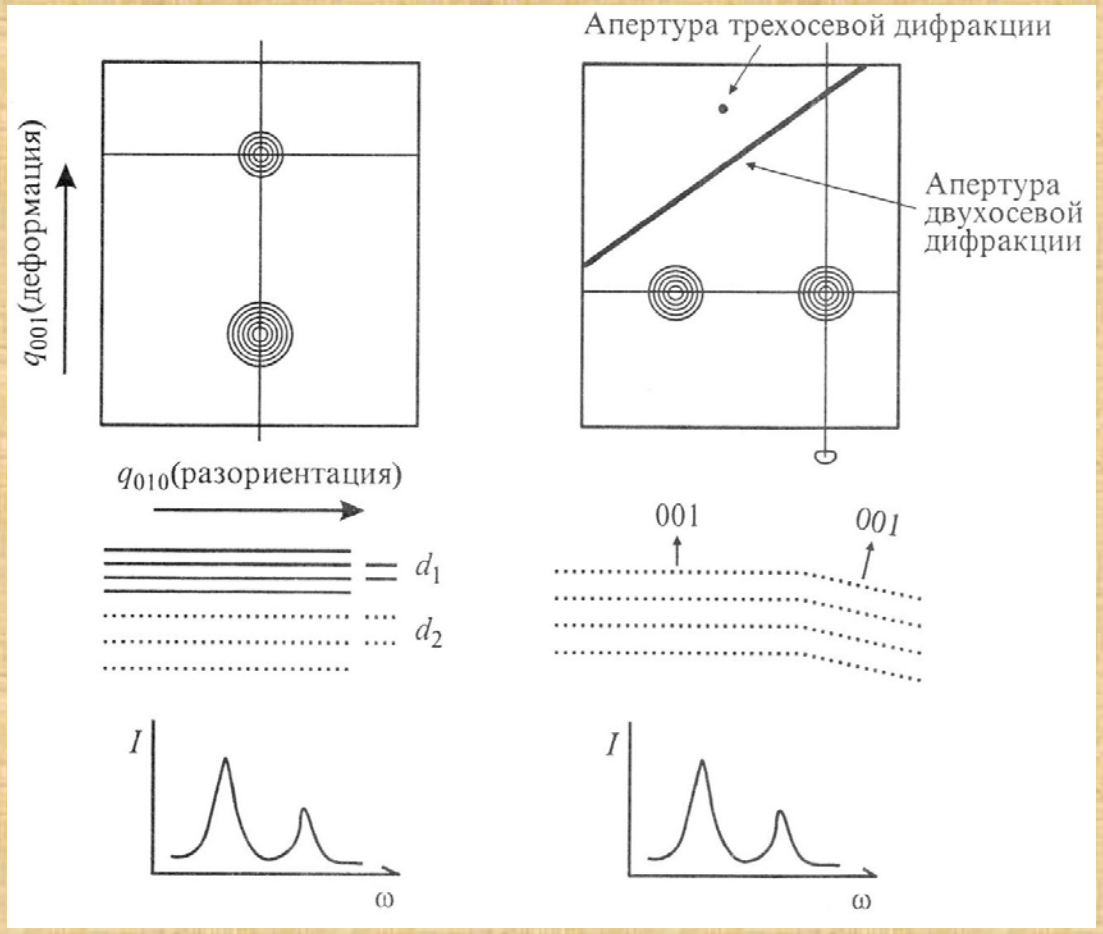
Дифракция на ультратонкой кристаллической пленке. Это наиболее простая модель гетероструктуры, состоящая из толстой совершенной подложки, на которой сверху наращивается ультратонкий слой другого химического состава. В данном случае на совершенный монокристалл GaN наращивается пленка $In_{0.3}Ga_{70}N$. Пленка является неоднородной, то есть имеет место градиент деформации по глубине для сшивания параметров решетки. (Из работы В.И.Пунегова)



Приведен пример сравнительного анализа измеренной (a) и расчетной (b) карт распределения интенсивности рассеяния от системы $In_{0.3}Ga_{70}N$/ GaN. Экспериментальное распределение интенсивности получено на трехкристальном рентгеновском дифрактометре.

Методы изучения тонкой структуры узлов обратной решетки (дифракционных рефлексов)

Таким образом суть интегральных методов состоит в детальном исследовании тонкой структуры обратного пространства реального кристалла.

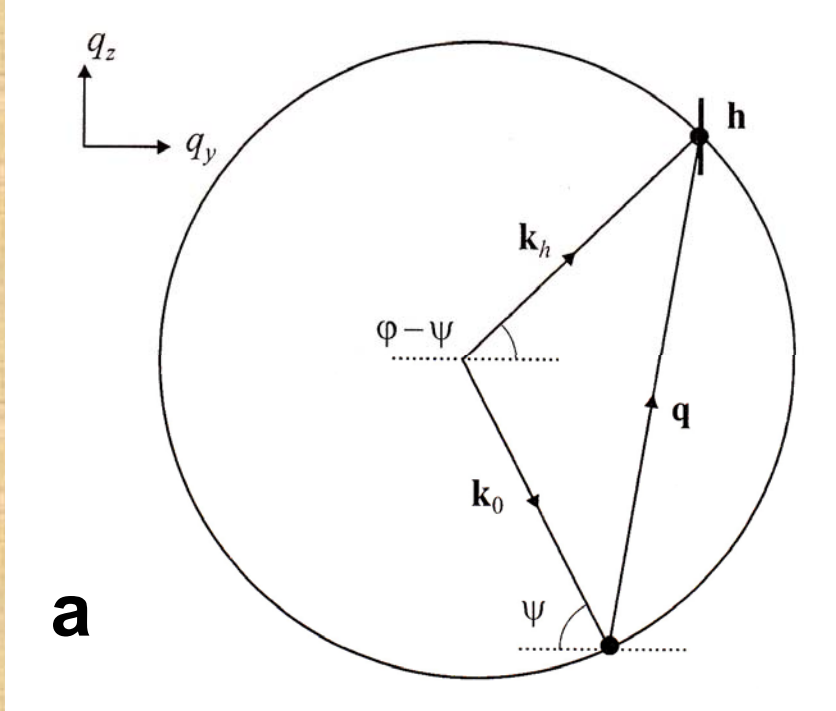


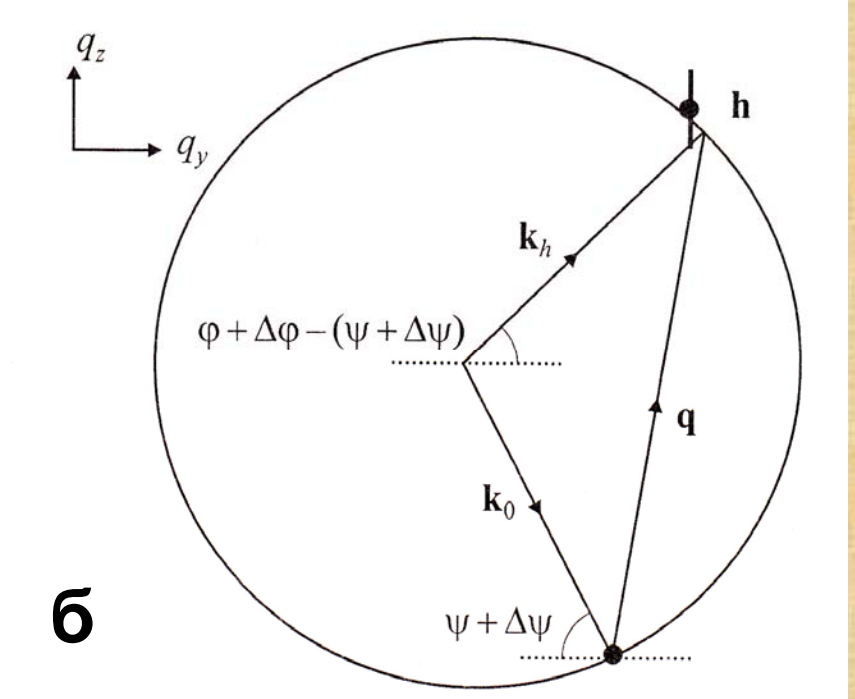
$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\delta\theta = \frac{\Delta d}{d} \cdot tg\theta + \Delta\theta$$

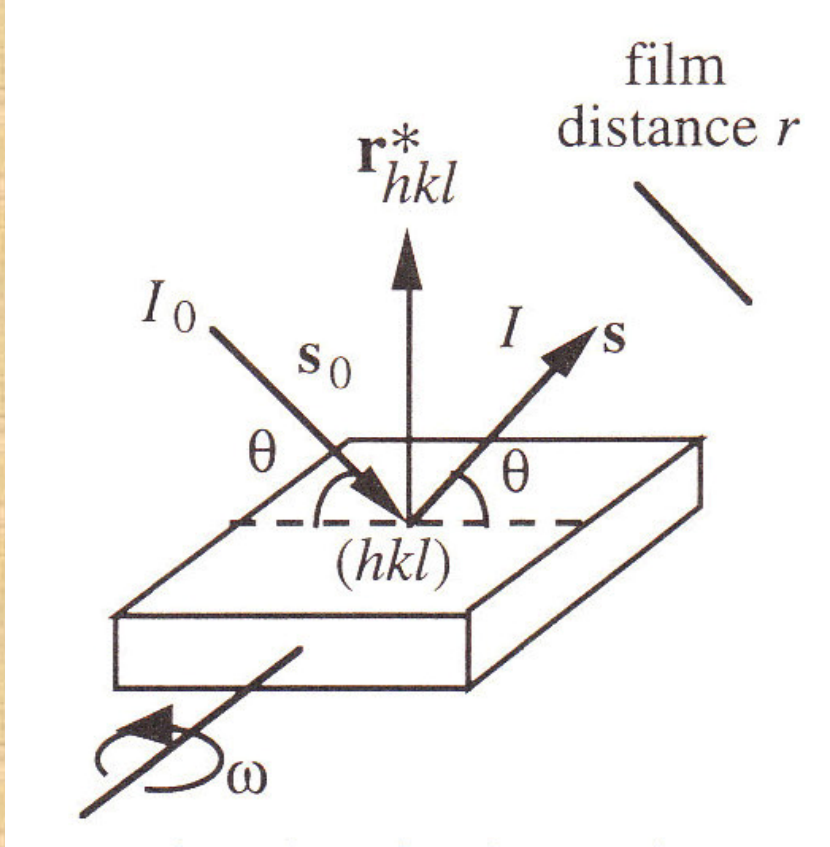
$$\delta d = \frac{\Delta d}{d} + \Delta\theta \cdot ctg\theta$$

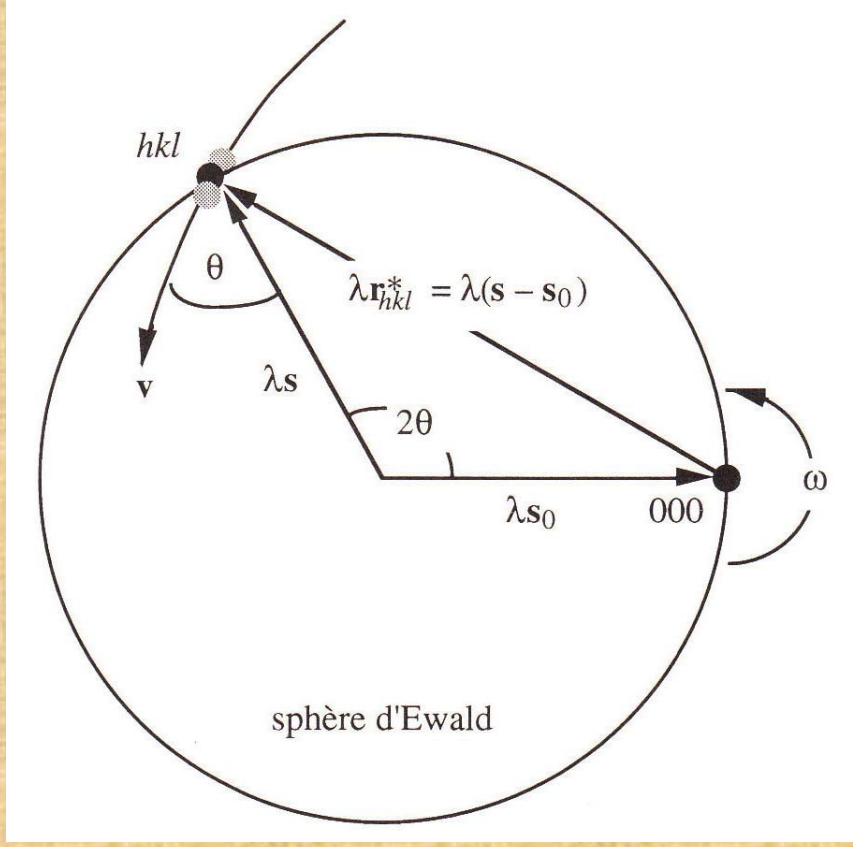
D.K.Bowen, B.K.Tanner Hih Resolution X-Ray Diffractometry and Topography Taylor & Francis, (1998)



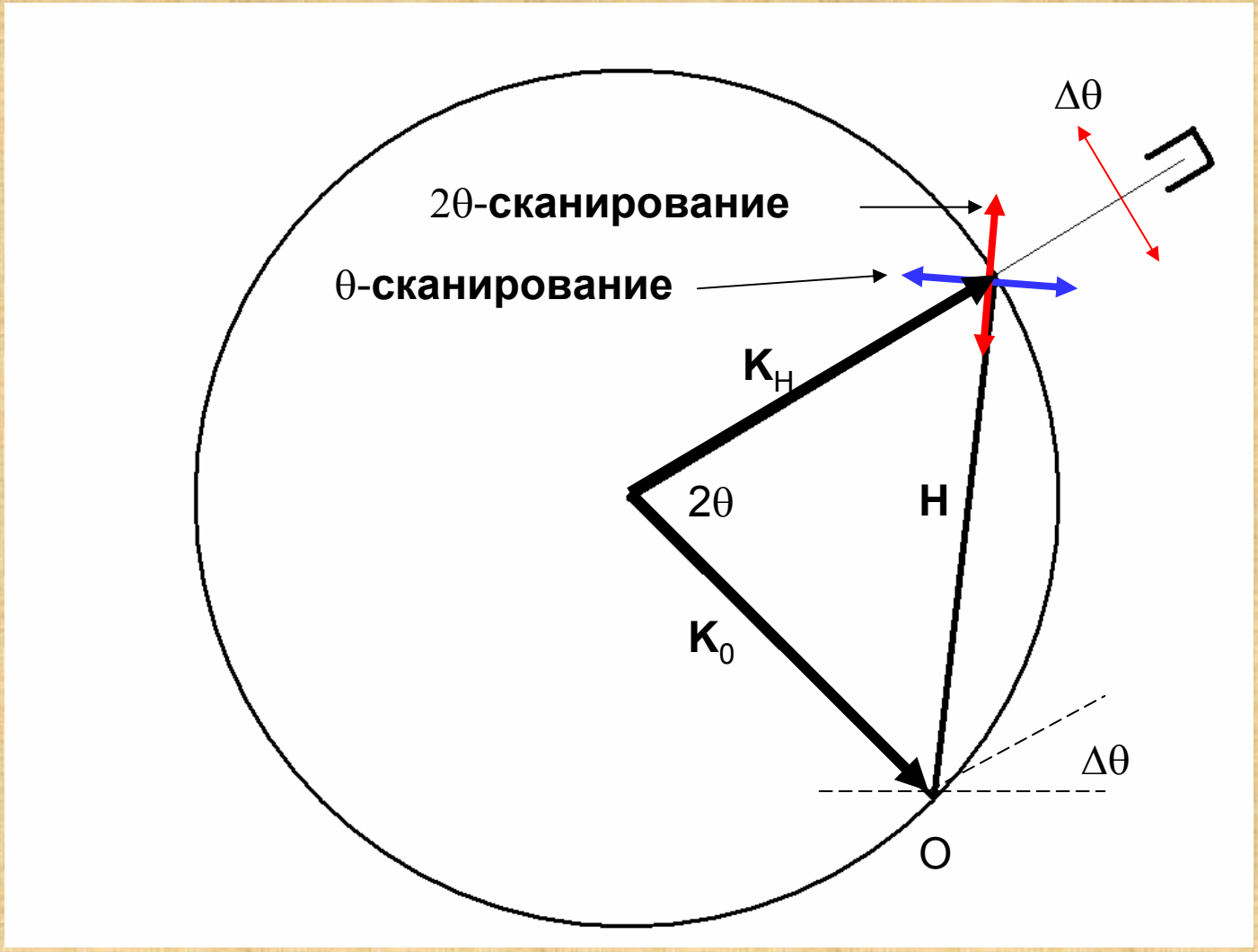


Построение Эвальда: в Брегговском положении (а) и около Брегговского положения (б)

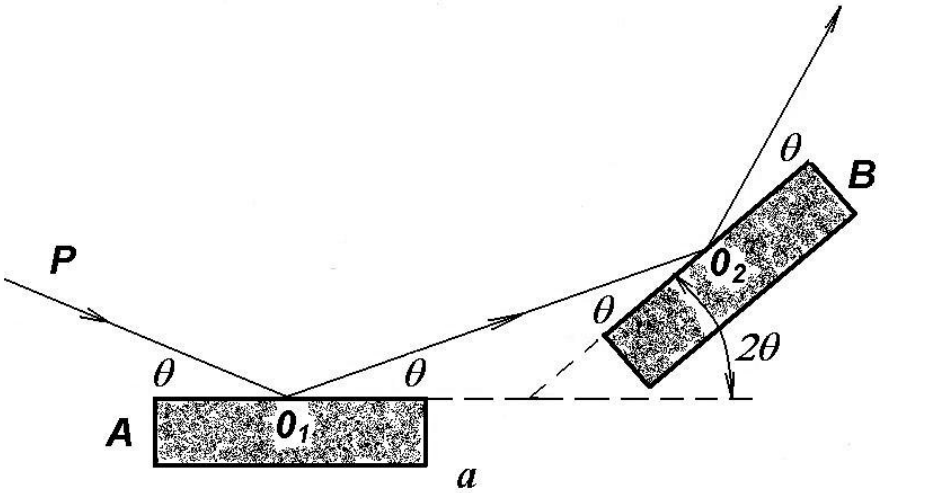

film
distance r
$\mathbf{r}^*_{hkl}$
I_0
$\mathbf{s}_0$
I
$\mathbf{s}$
θ
θ
(hkl)
ω


hkl
θ
$\lambda\mathbf{r}^*_{hkl} = \lambda(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0)$
v
λs
2θ
$\lambda\mathbf{s}_0$
000
ω
sphère d'Ewald

Поворот кристалла вокруг точки О приводит к смещению узла обратной решетки Н со сферы Эвальда и появляется возможность исследовать окрестности узла обратной решетки Н.



Схемы двухкристальной спектрометрии

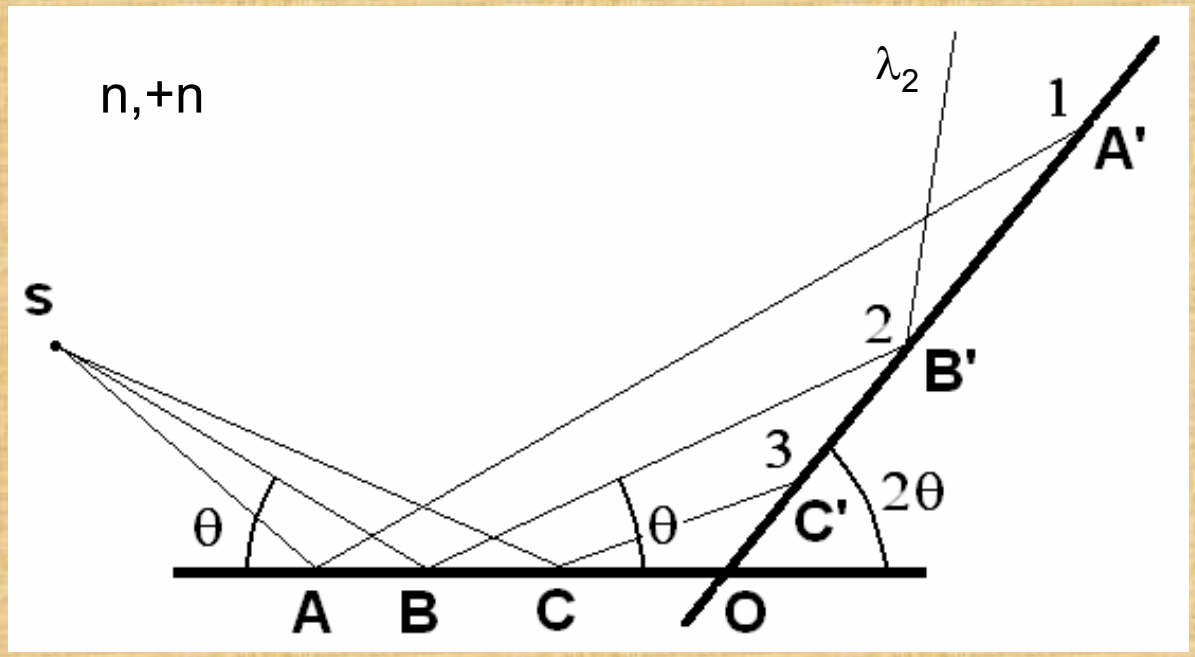


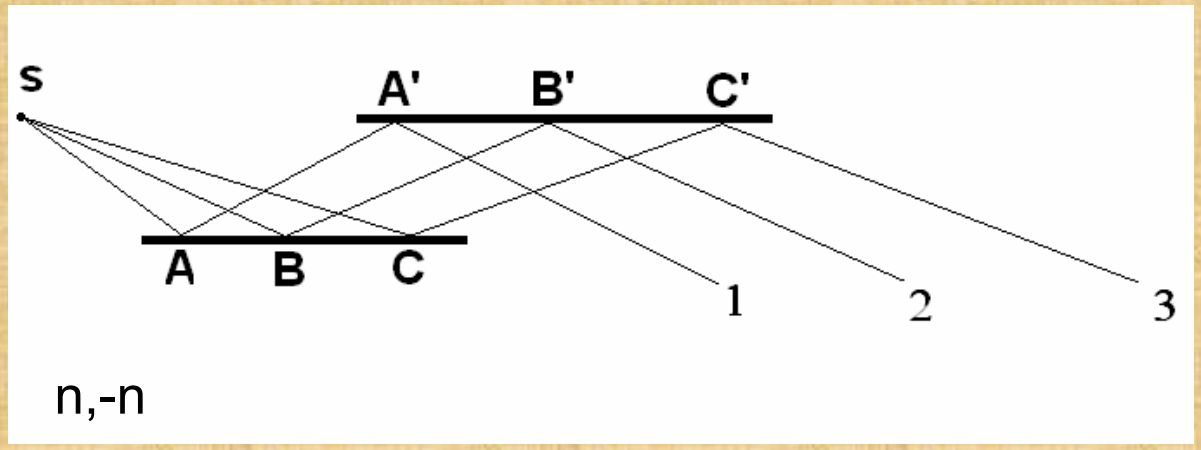
Схемы расположения кристаллов в двукристальном спектрометре:

а - положение (1, 1); б - положение (1, -1)

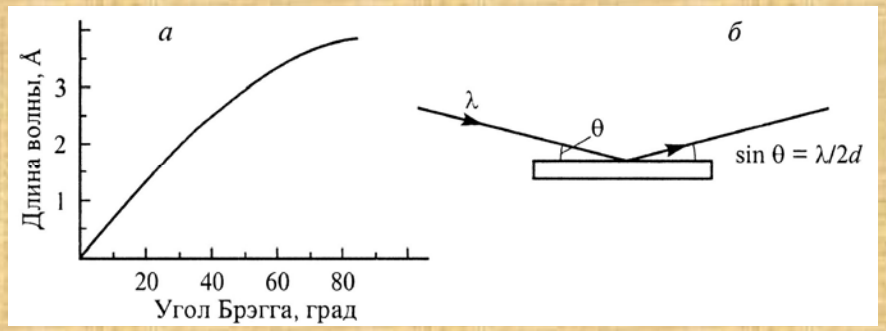
Du-Mond J.W. Phys.Rev.(1937), 52, 872

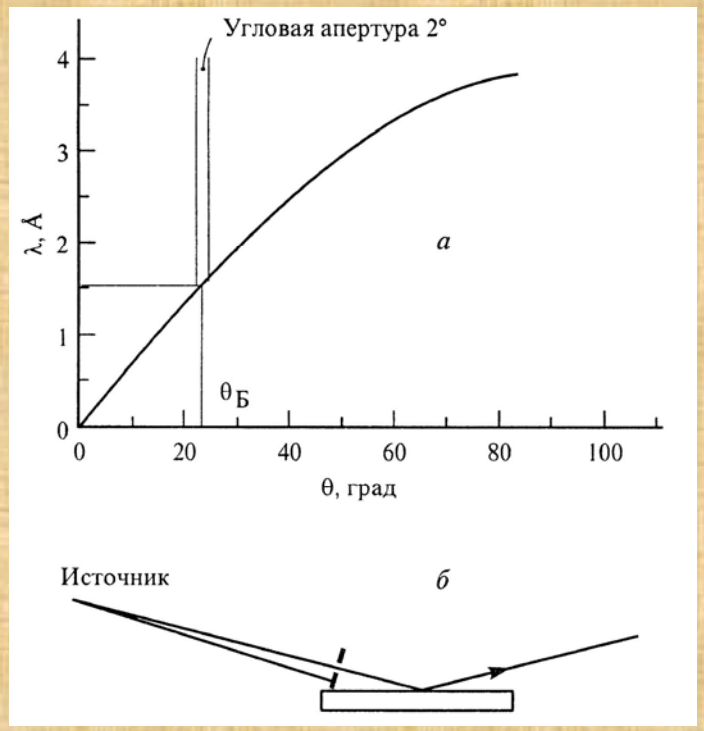
Схемы иллюстрирующие особенности двухкристальных схем

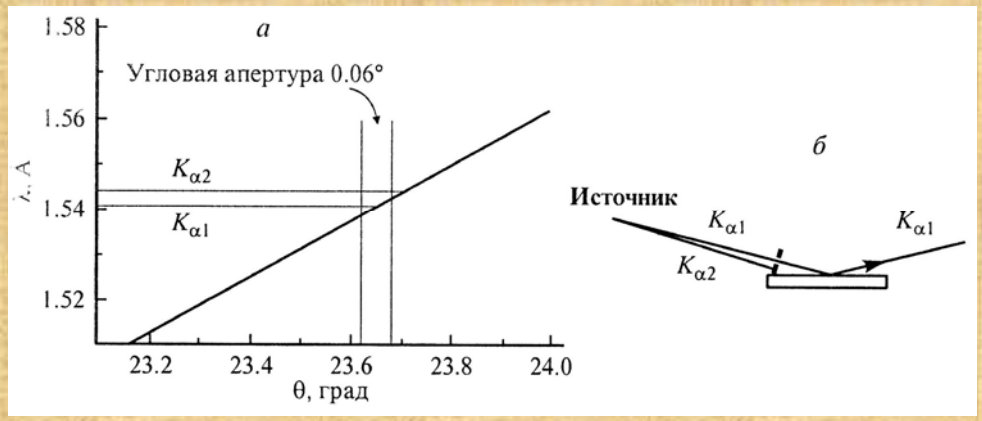




Основные идеи диаграмм Дю Монда







Du Mond J.W. Phys. Rev. (1937), 52, p.872

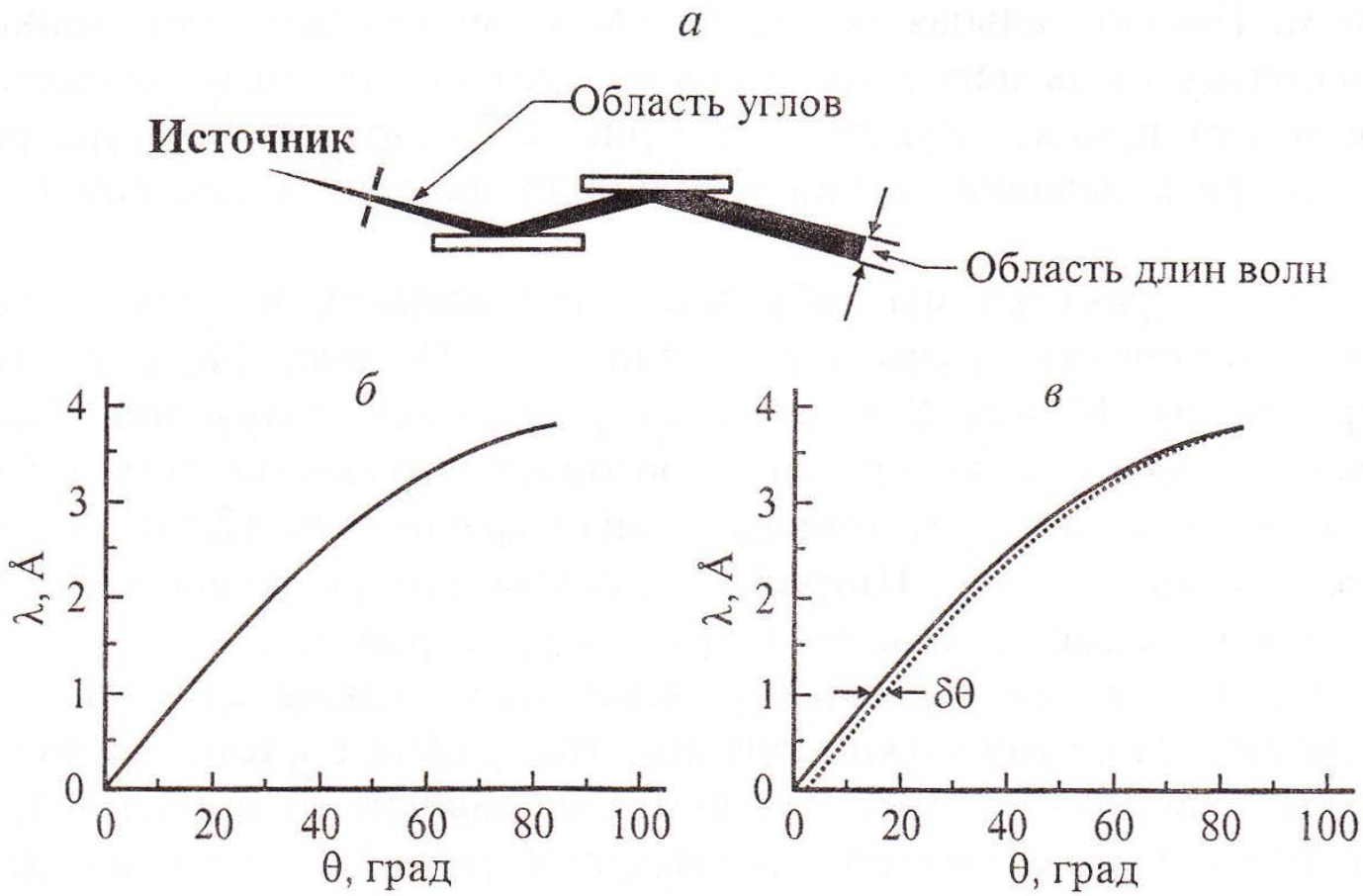


Схема $(+n, -n)$ для Si 220 с излучением Cu K_α.

а — геометрия в реальном пространстве; *б* — диаграмма дю Монда для случая, когда плоскости кристаллов параллельны и второй кристалл участвует в дифракции (графики накладываются друг на друга); *в* — диаграмма дю Монда для случая, когда второй кристалл повернут против часовой стрелки на угол δθ и выходит из отражения.

InP a=5,8690Å
Si a=5,4306Å

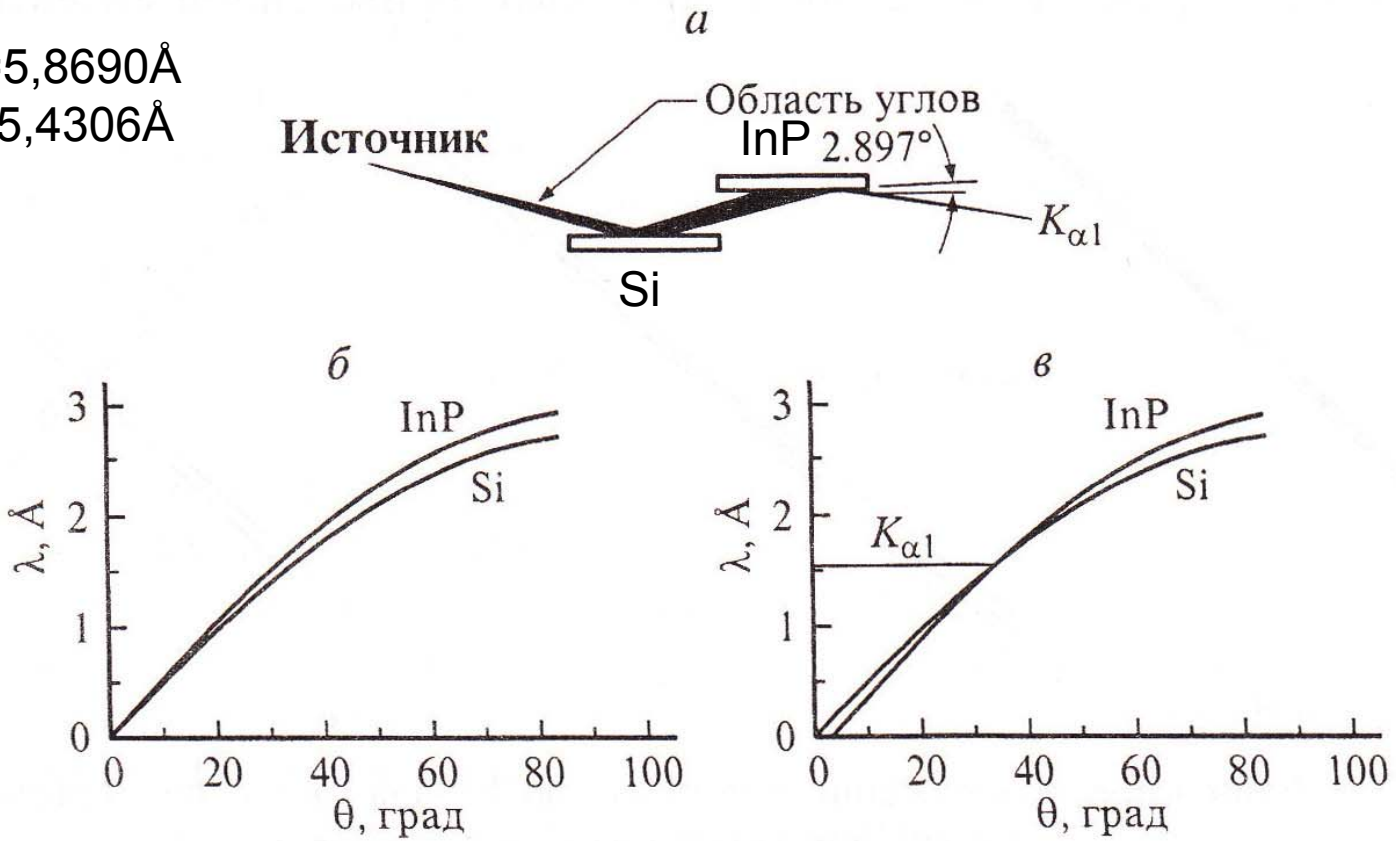


Схема $(+n, -m)$ для InP 004 и Si 004 с излучением Cu $K_{\alpha 1}$.

а — геометрия в реальном пространстве; *б* — диаграмма дю Монда для случая, когда плоскости кристаллов параллельны и поэтому дифракция от второго кристалла отсутствует; *в* — диаграмма дю Монда для случая, когда второй кристалл, повернутый против часовой стрелки на угол 2.897°, участвует в дифракции.

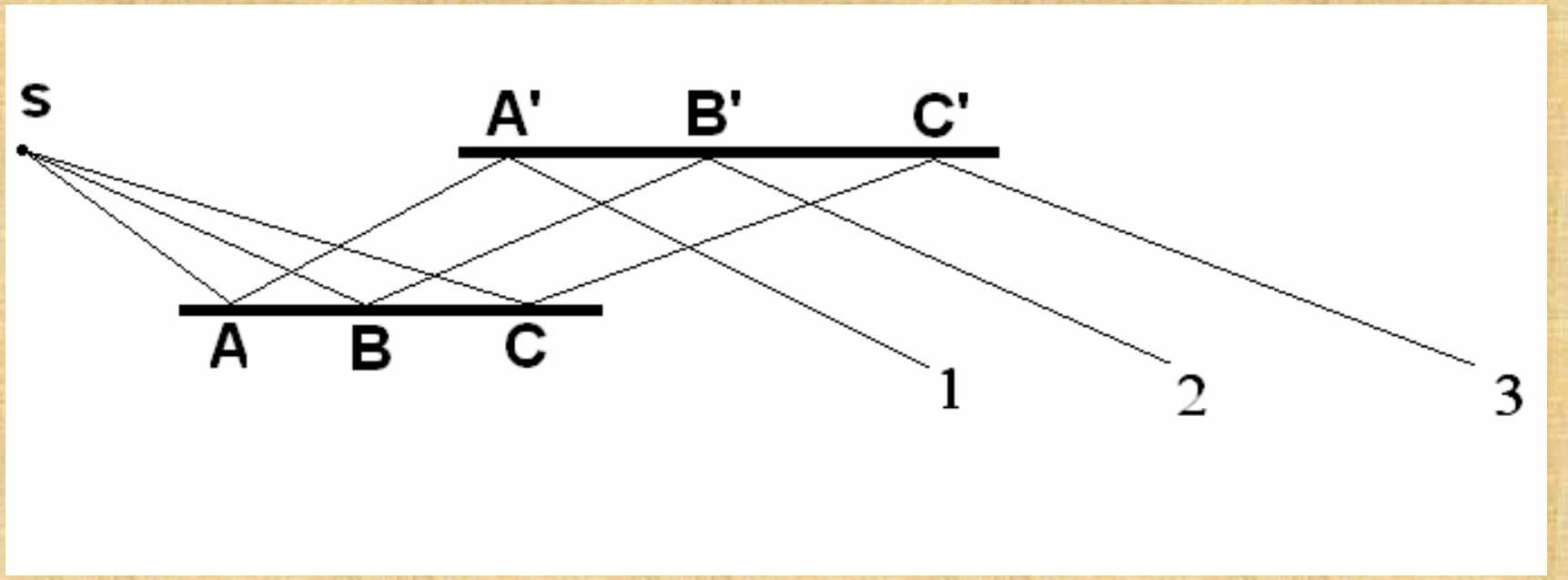
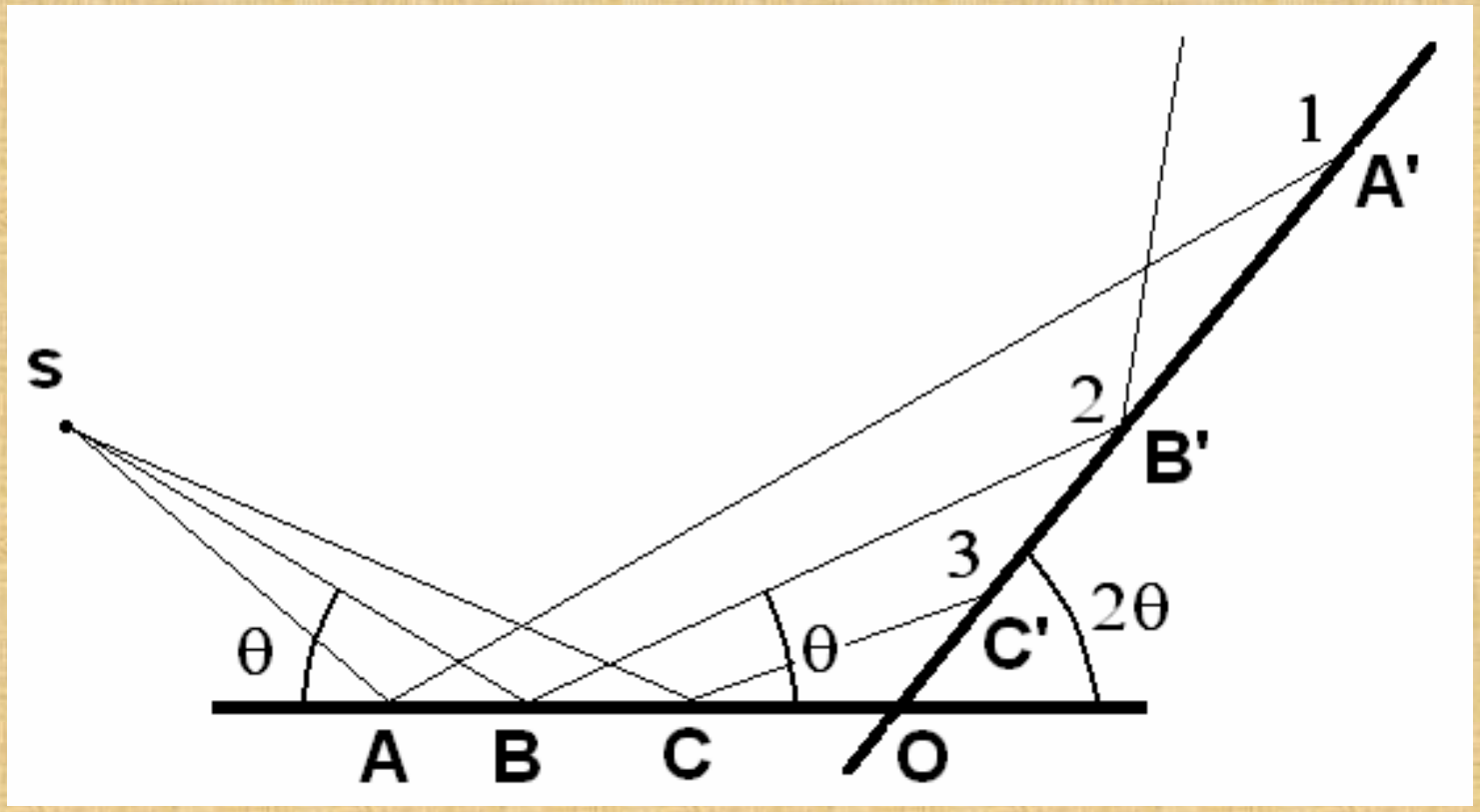
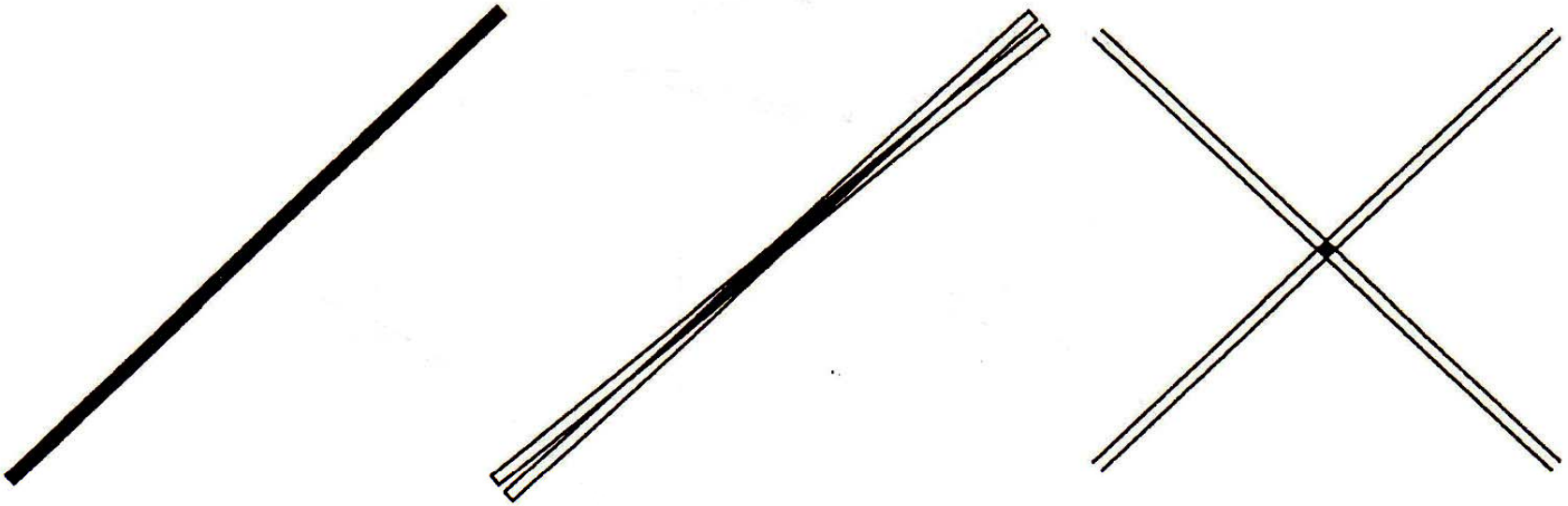

S
A'
B'
C'
A
B
C
1
2
3

Схема $(+n, +n)$ для Si 220 с излучением Cu K_α.

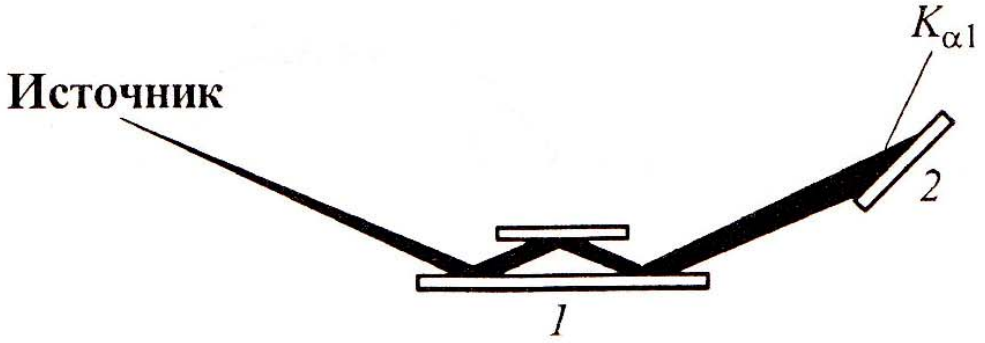
а — геометрия в реальном пространстве; *б* — диаграмма дю Монда для случая, когда второй кристалл параллелен первому и не отражает; *в* — диаграмма дю Монда для случая, когда второй кристалл, повернутый против часовой стрелки на угол $2\theta_Б$, участвует в дифракции.


S
1
A'
2
B'
3
C'
2θ
θ
θ
A
B
C
O



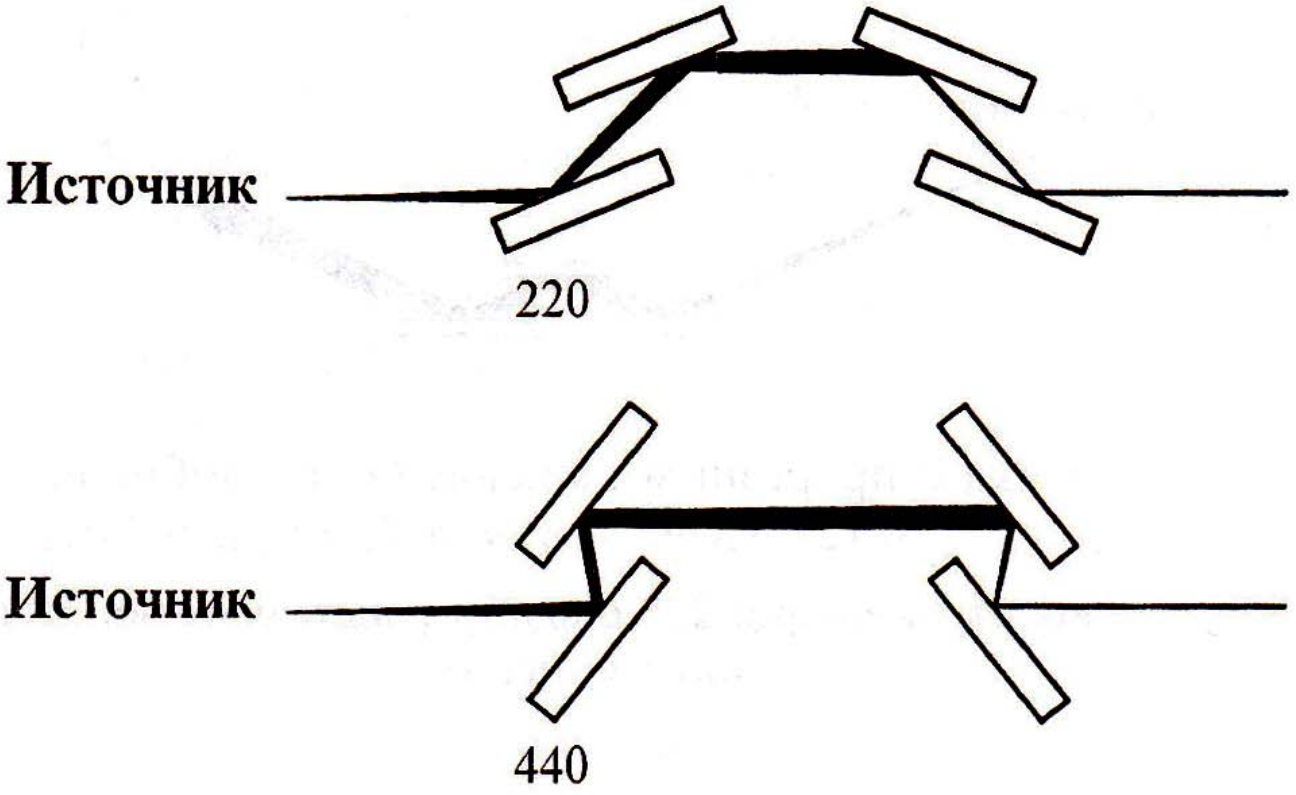
Увеличенное изображение диаграмм дю Монда около перекрывающихся областей, ограниченных апертурой.

а — схема (+*n*, –*n*): кривые полностью перекрываются; *б* — схема (+*n*, –*m*) для InP 004 и Si 004 с излучением Cu $K_{\alpha 1}$ (см. также рис. 2.10); *в* — схема (+*n*, +*n*), настроенная на максимальную интенсивность Si 220 с излучением Cu $K_{\alpha 1}$. *Заштрихованные* площади показывают полосы пропускания. Отметим, что случай *а* не дает никакой монохроматизации; *б* дает плохую монохроматизацию; *в* — превосходную монохроматизацию.

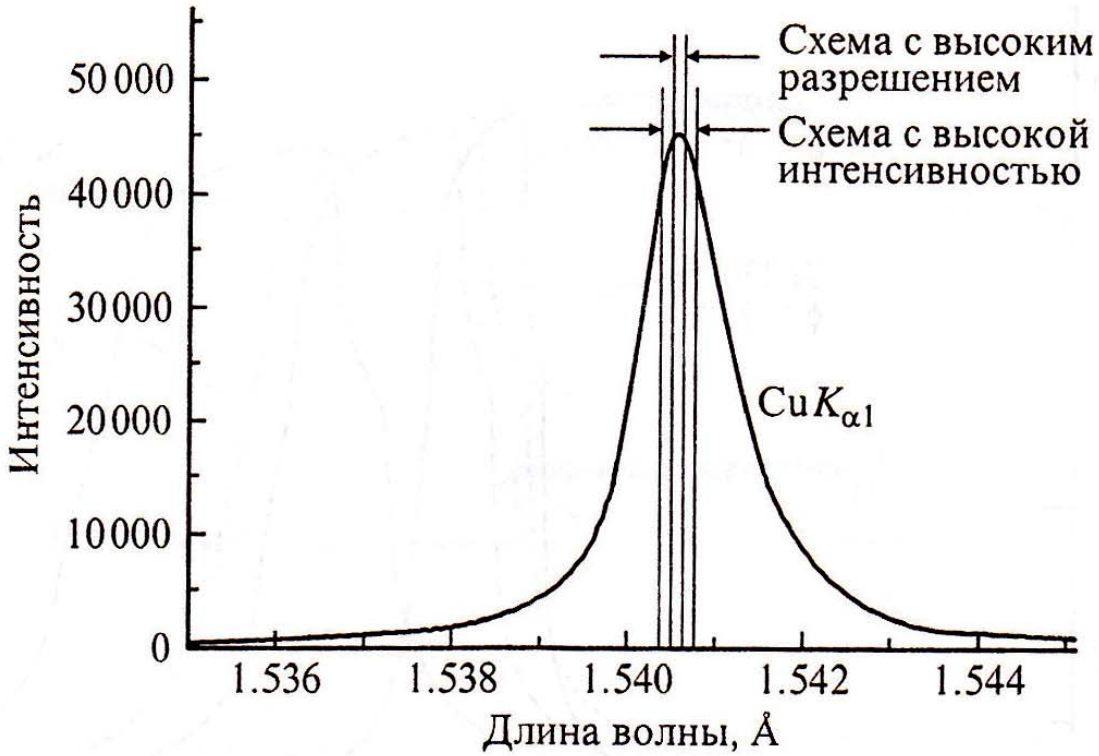


Коллиматор пучка с прорезным каналом (*1*) в комбинации с кристаллом-монохроматором (*2*). (*Конструкция Таннера и Боуэна*).

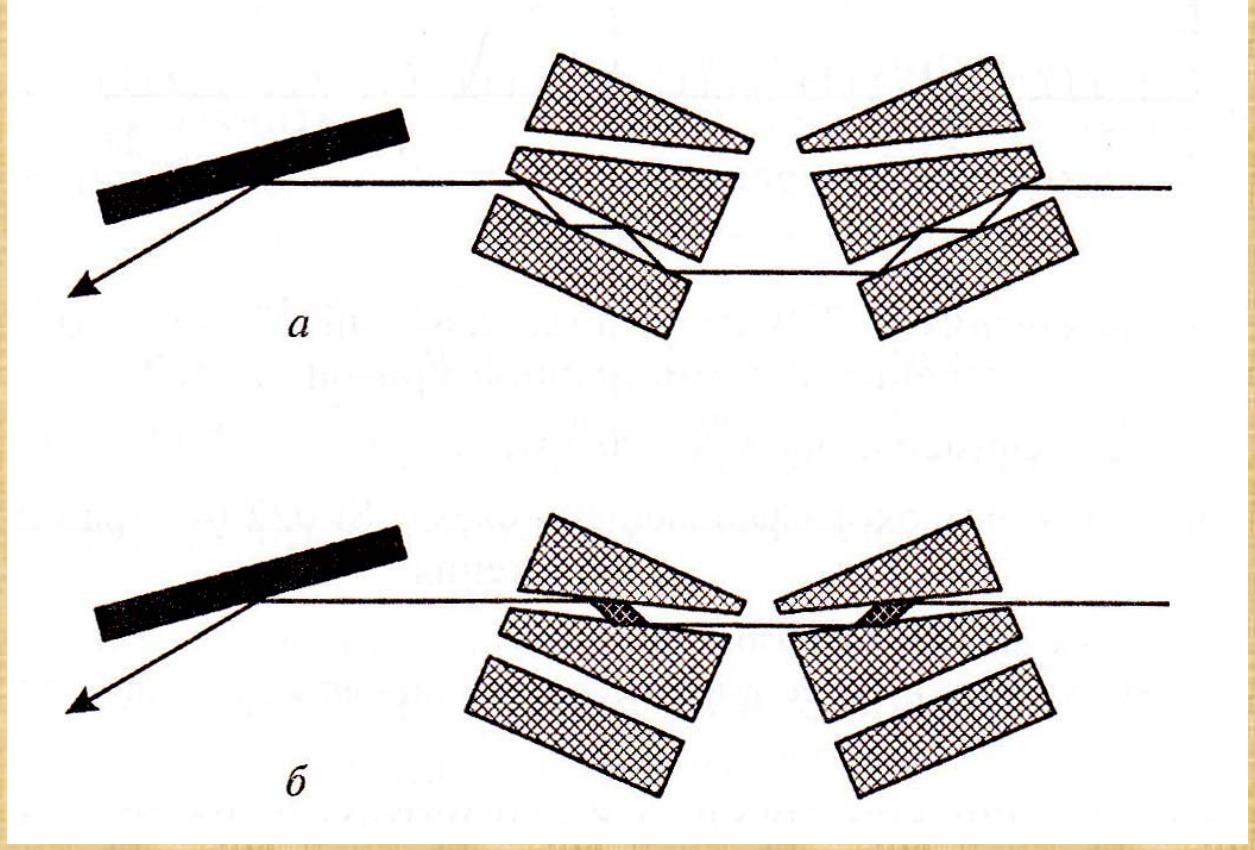
Показан кристалл Si с тремя отражениями 220 с одним кристаллом-монохроматором Ge 220; Cu $K_{\alpha 1}$-излучение.



Четырехкристальный (+*n*, –*n*, –*n*, +*n*)-коллиматор пучка конструкции дю Монда—Харта—Бартельса.

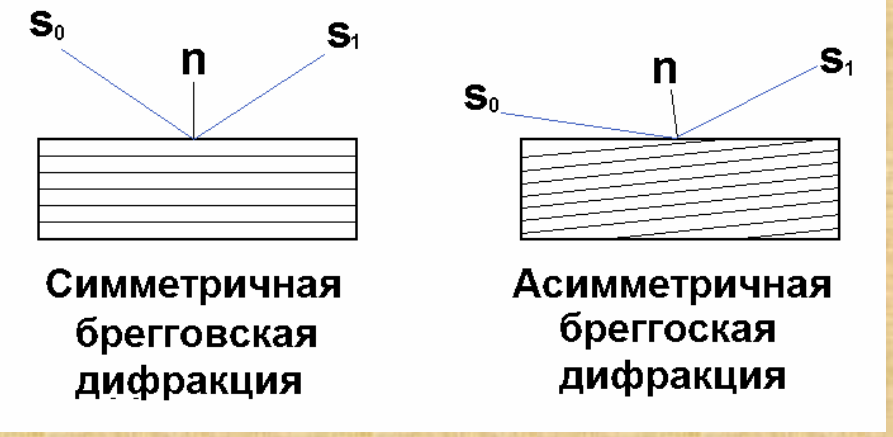


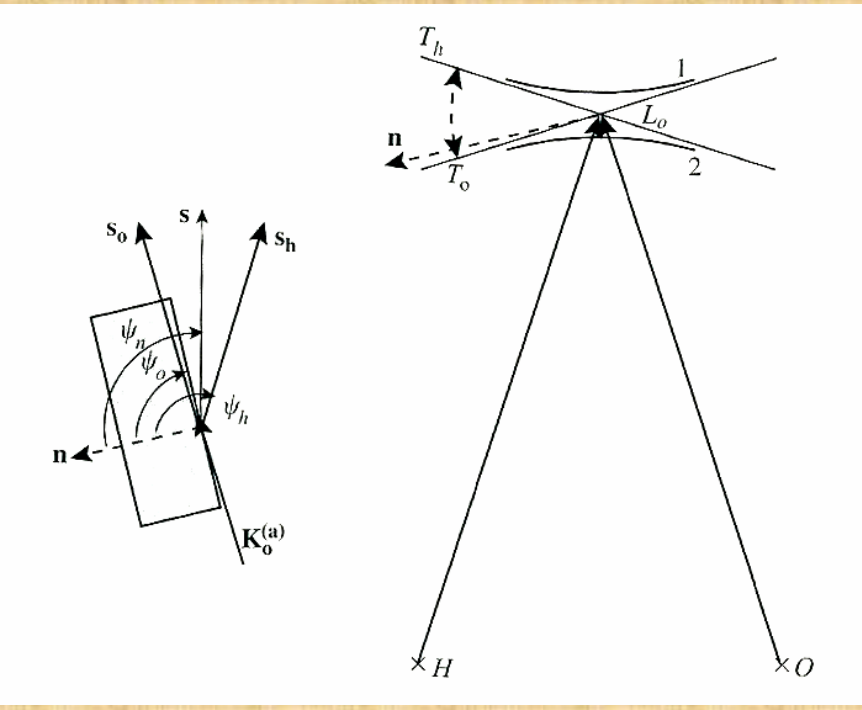
Подробный график спектра от рентгеновской трубки с Cu-анодом около линий K_α, показывающий площадь, выбираемую схемами с высоким разрешением и высокой интенсивностью на основе многокристального коллиматора (на рис. 2.20).



Многокристальный коллимтор Локсли-Таннера-Боуэна с комбинацией схем для получения высокого разрешения и высокой интенсивности на базе принципа Дю Монда (отражение 202, Si, излучение CuKa)
а-схема получения высокого разрешения;
б-схема получения высокой интенсивности

Коэффициент асимметрии

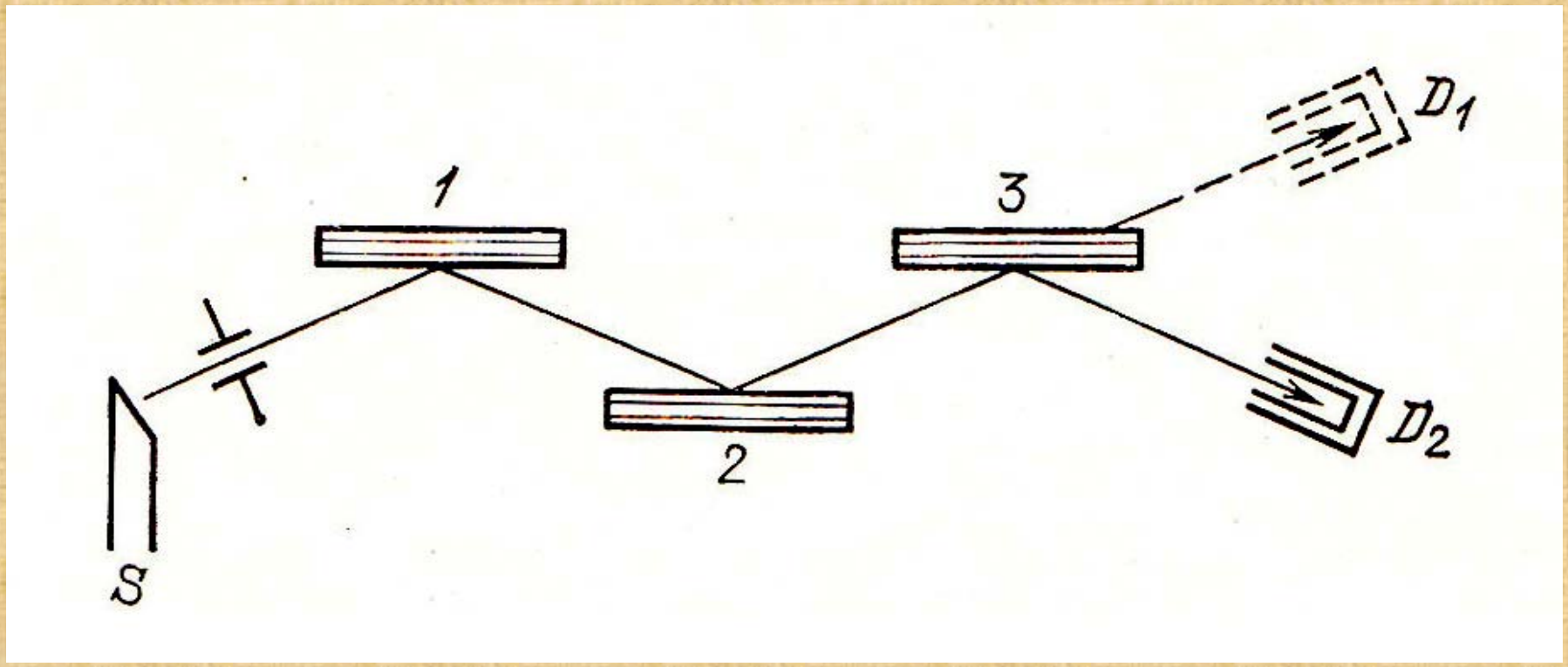




$$\gamma = \frac{\gamma_h}{\gamma_0} = \frac{\cos\left(\psi_n - \theta_B\right)}{\cos\left(\psi_n + \theta_B\right)}$$

$$\Delta\theta_{K_H} = \gamma \cdot \Delta\theta_{K_0}$$

Двух- и трехкристальная схемы дифракции



1-кристалл-монохроматор; 2-исследуемый кристалл; 3-кристалл-анализатор. В двухкристальной схеме кристалл 3 отсутствует и интесивность дифрагированных лучей регистрируется детектором D_1. S-рентгеновская трубка, D_2-детектор в трехкристальной схеме

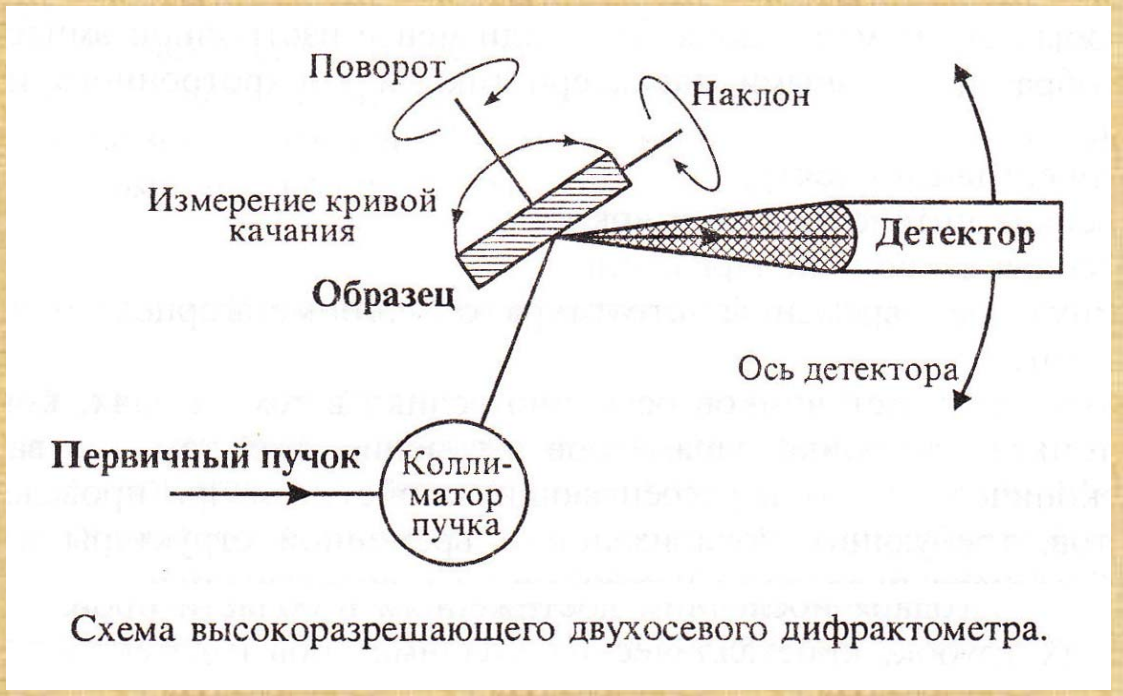


Схема высокоразрешающего двухосевого дифрактометра.

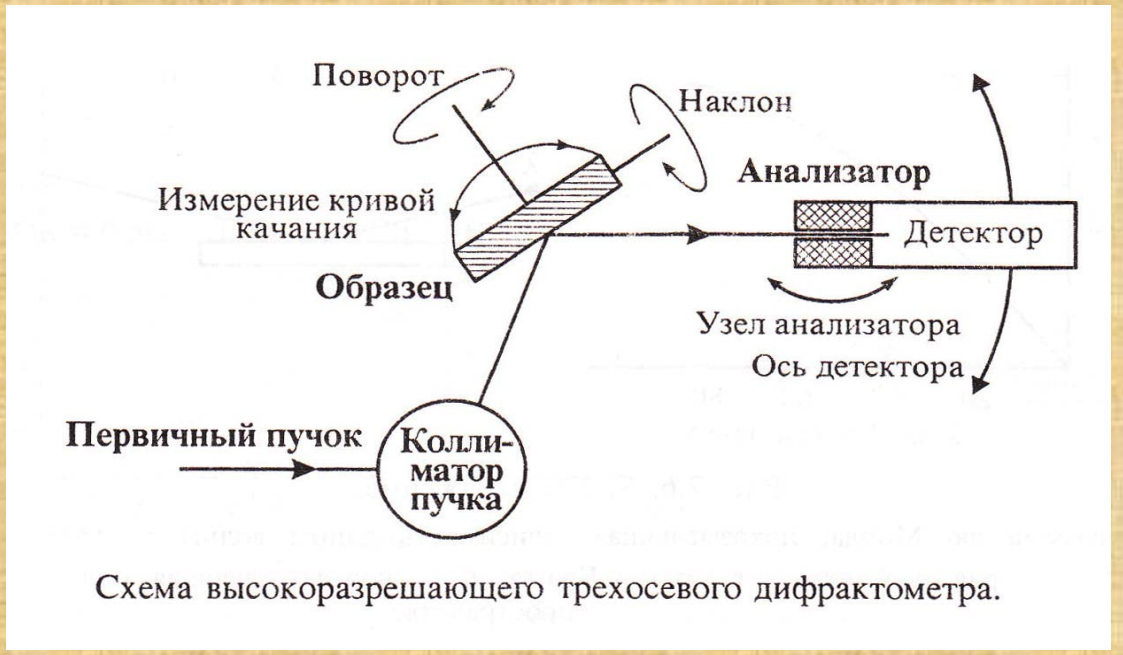
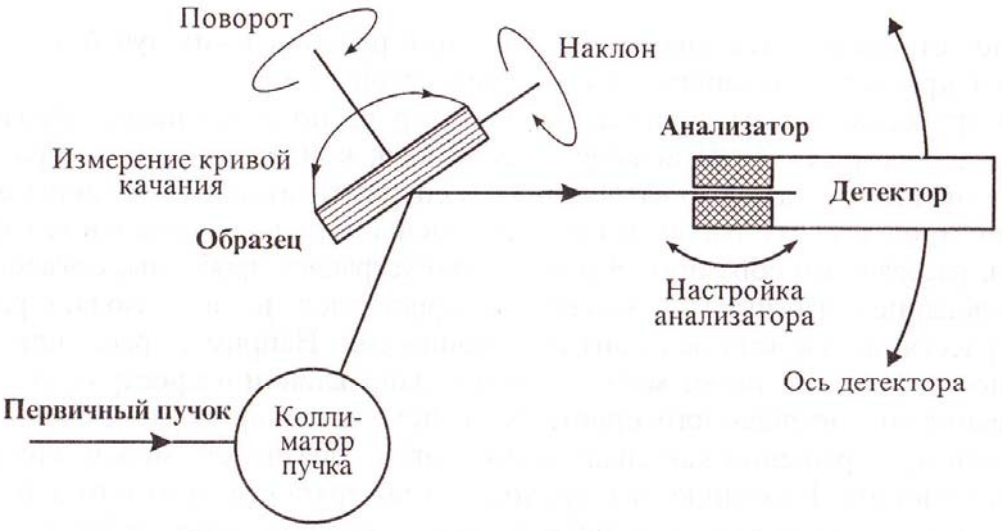


Схема высокоразрешающего трехосевого дифрактометра.

Схема дифрактометра высокого разрешения



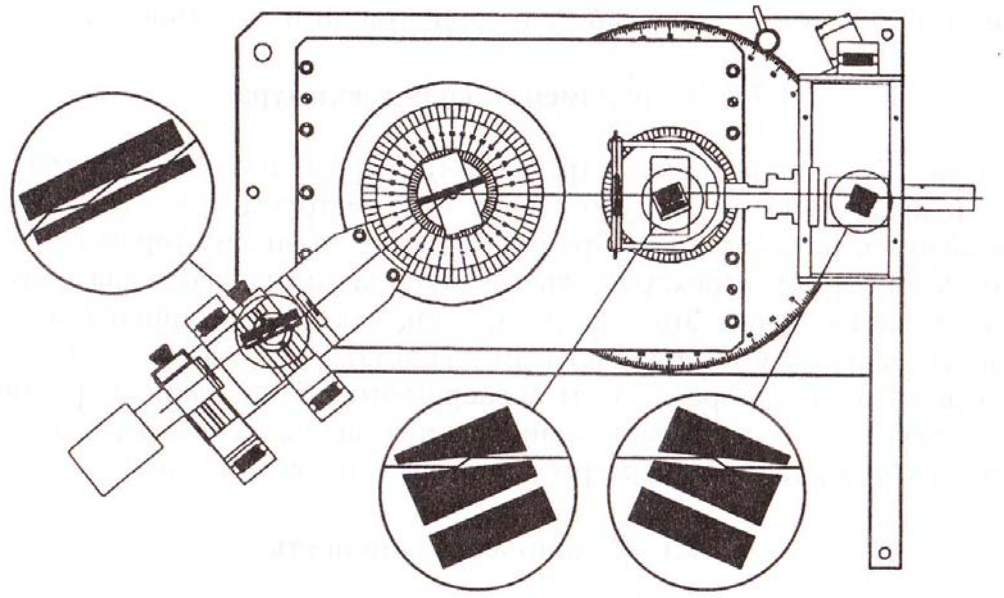
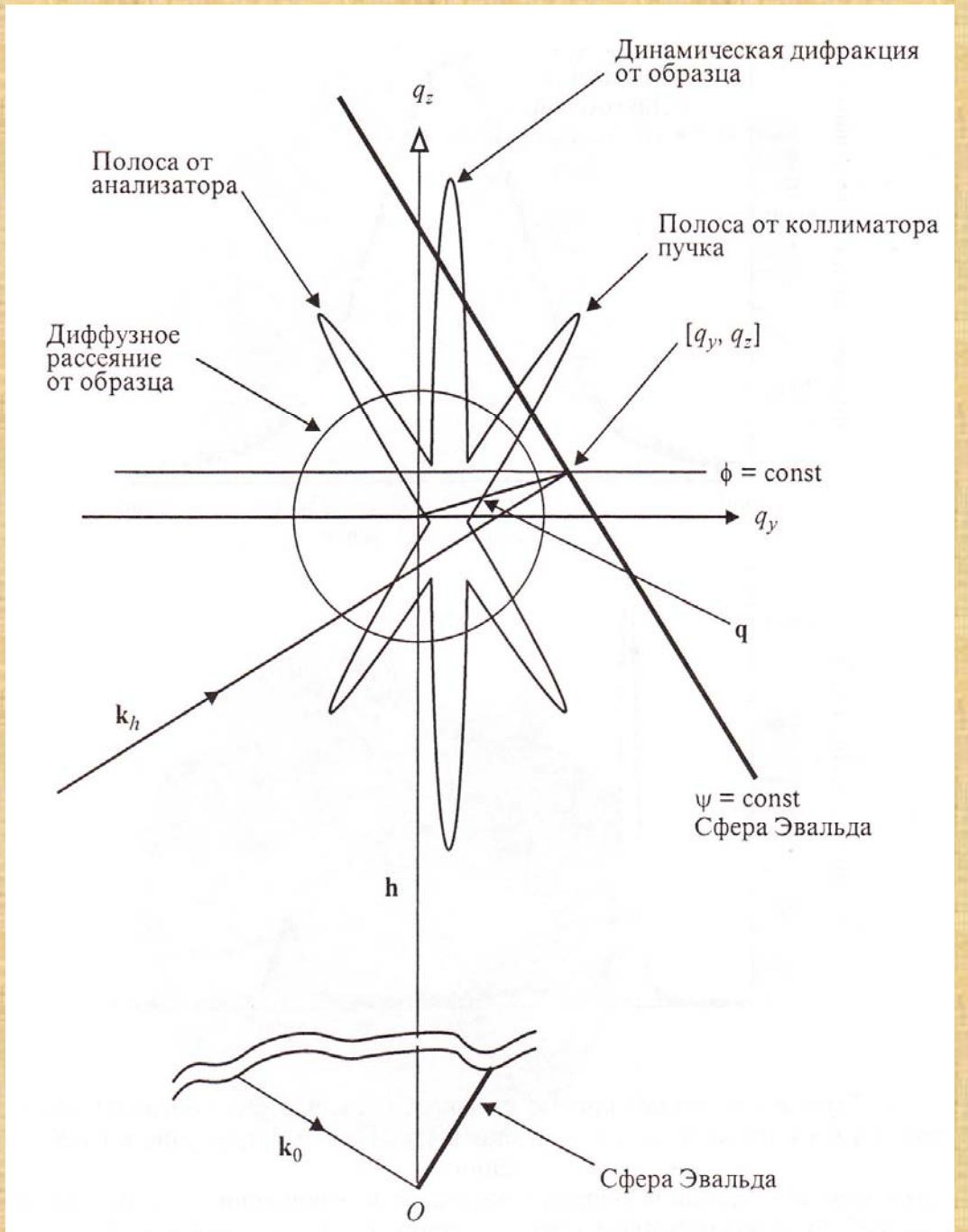
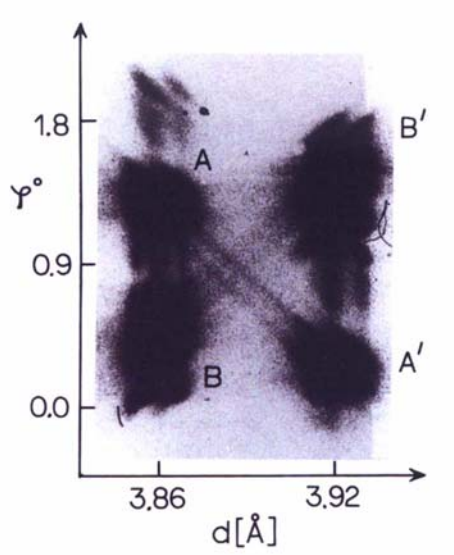


Диаграмма высокоразрешающего трехосевого прибора.



Карта рассеяния в обратном пространстве. Схематически показаны контуры равной интесивности вблизи условного рефлекса. Сфера Эвальда показана в виде жироной линии около точек 0 и H.

1. Изучение формы узлов обратной решетки и диффузного рассеяния для получения сведений о реальной структуре кристаллов



Топограмма углового сканирования полидоменного двойникового комплекса кристаллов $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\mathbf{H} = \mathbf{K}_{\mathbf{H}} - \mathbf{K}_{\mathbf{0}}$$

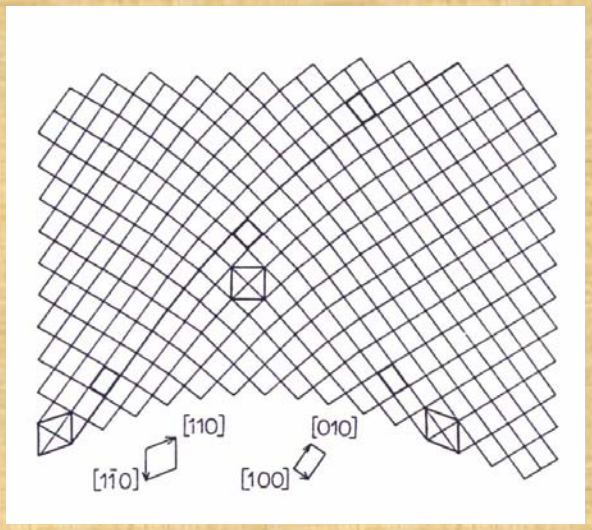
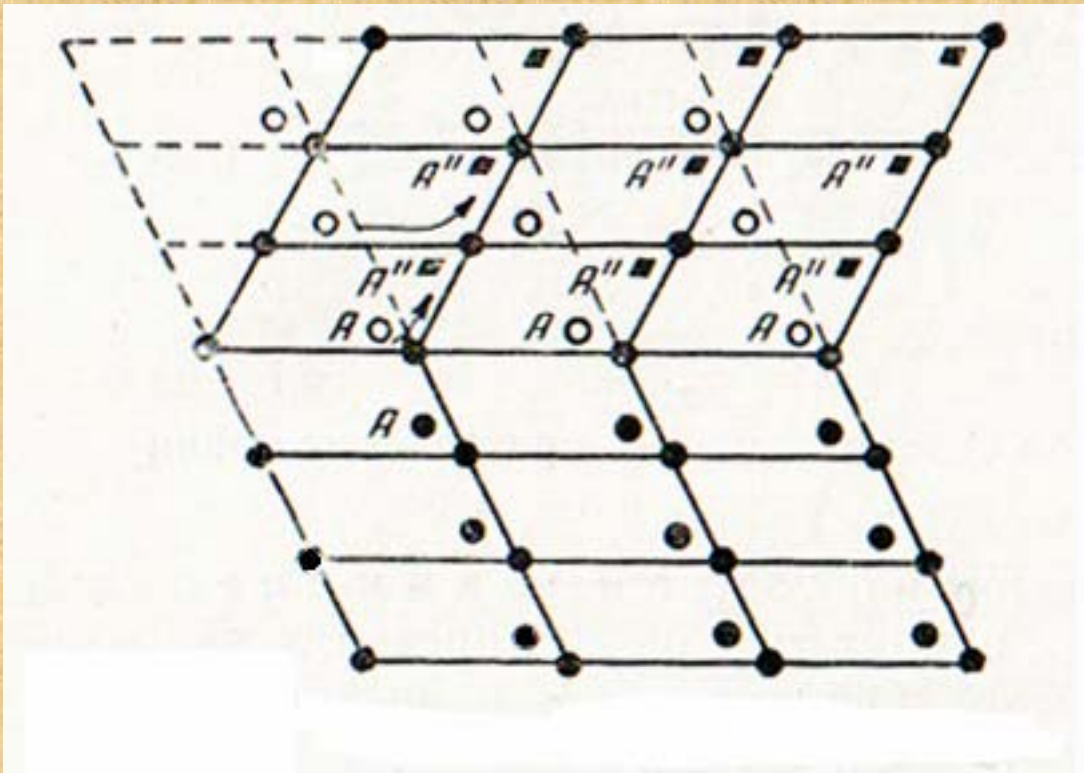
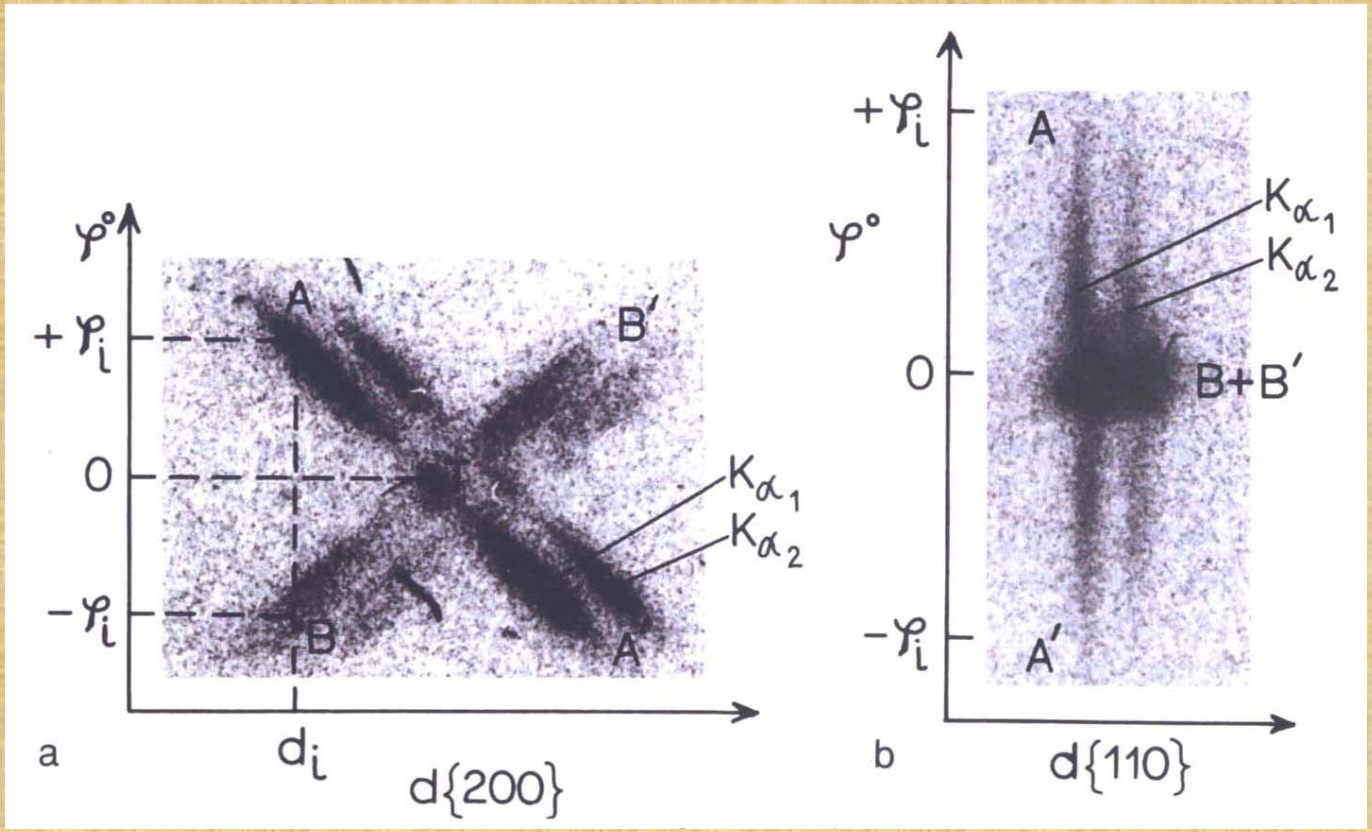


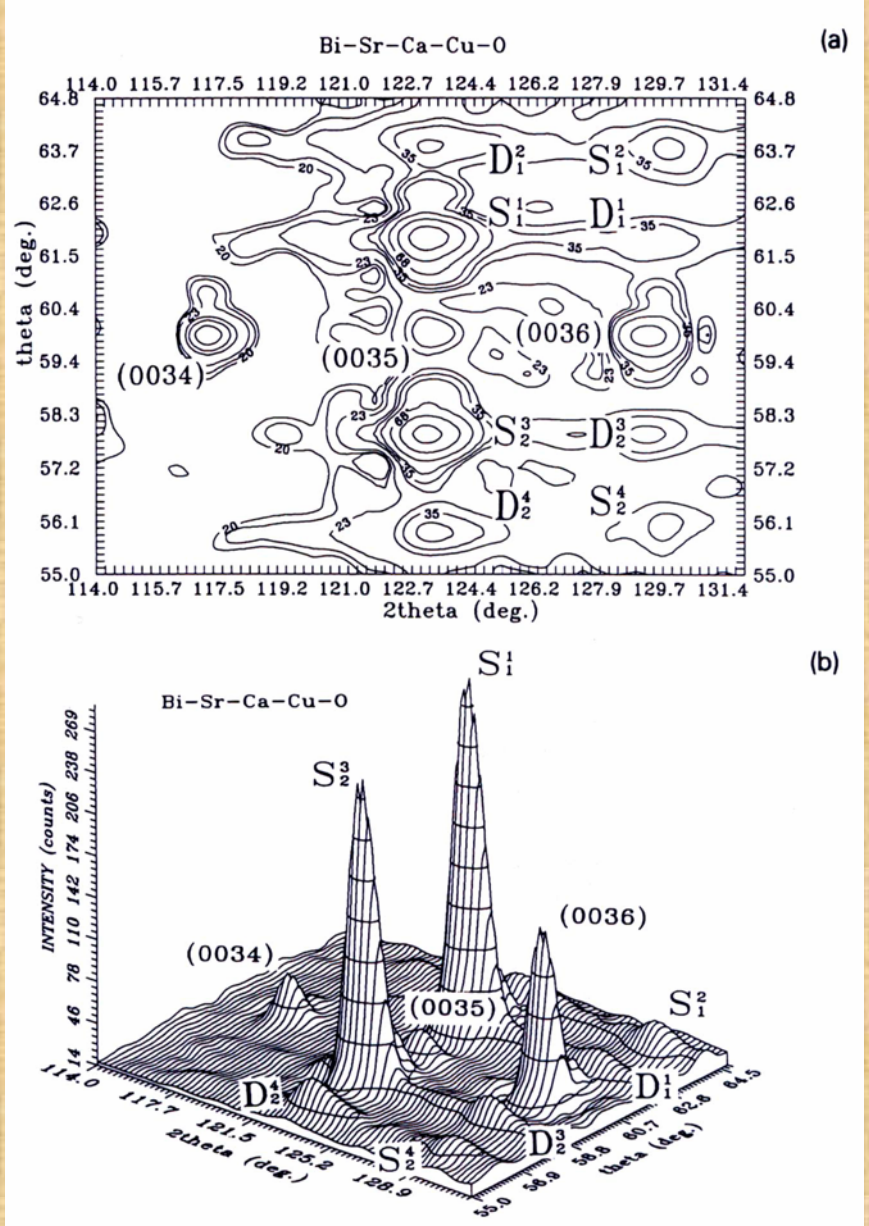
Схема образоания двойников в структуре $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$



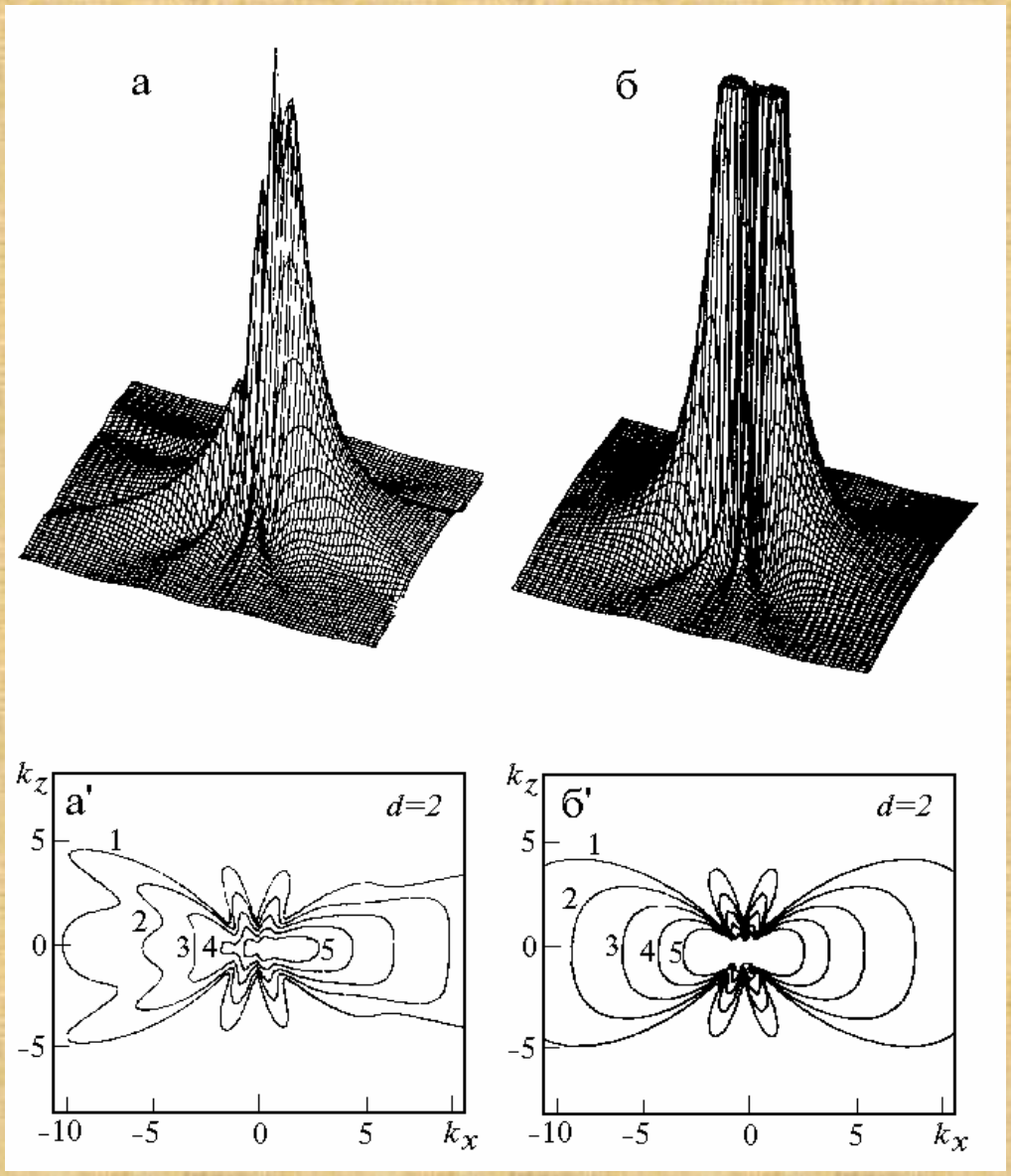
Структура двойника кальцита $CaCO_3$



Топограммы углового сканирования иллюстрирующие квазидвойникование в кристаллах $HoBa_2Cu_3O_{7-\delta}$
а) – отражение (200); б) – отражение (110)

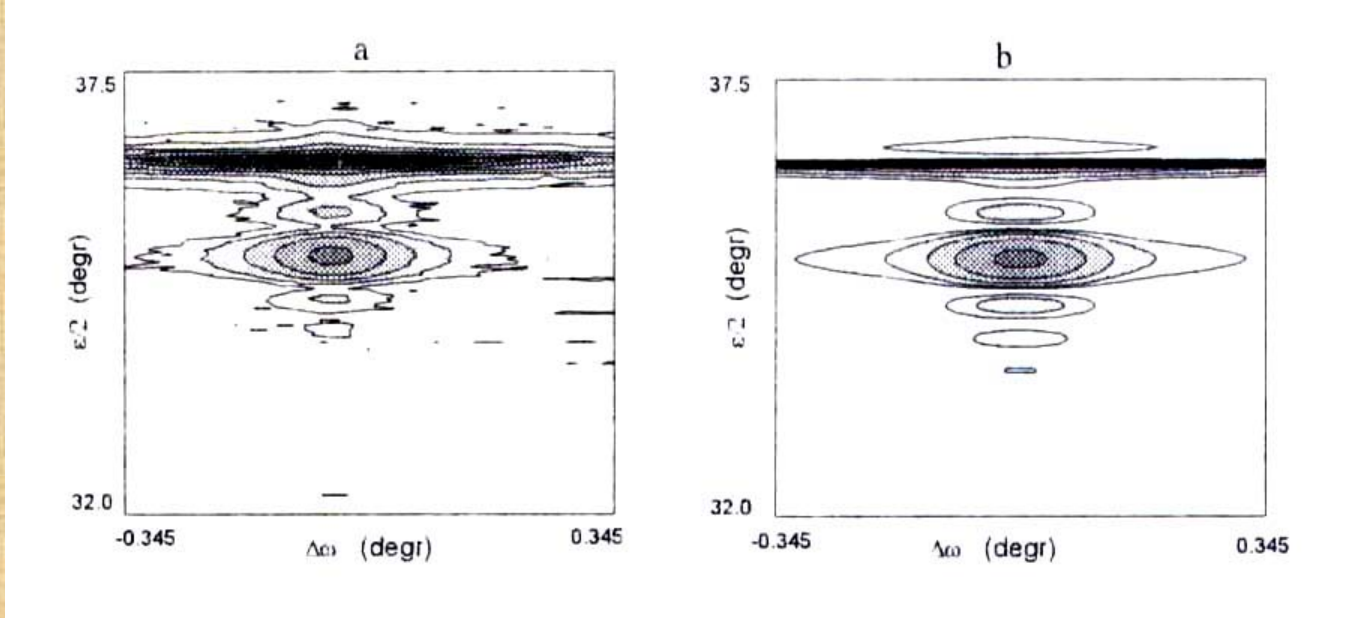


а) – картина изоуровней дифрагированной интенсивности в районе отражения (0036) в сечении плоскости (a*c*) обратного пространства при 30°C для кристаллов BiCrCaCuO
б) – соответствующая трехмерная каритна этой же области



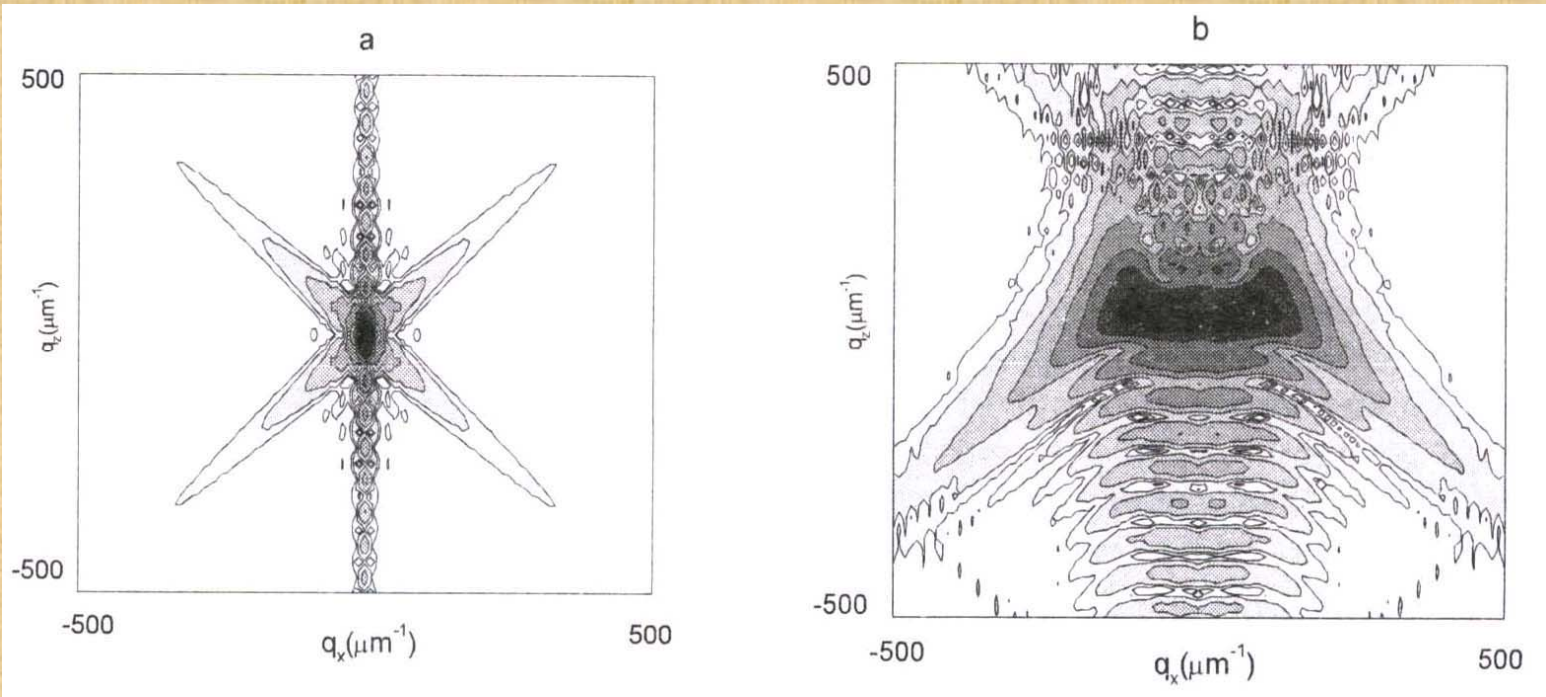
Распределение интенсивности диффузного рассеяния рентгеновских лучей в окрестности узла обратной решетки в плоскости рассеяния при симметричной Лауэ-дифракции в монокристалле Ge, содержащем сферические кластеры малого радиуса ($R_{def}<<\Lambda$), (отражение (220), излучение CuKα, (k_x,k_z) - измеряются в единицах $2\pi/\lambda$ для толщины t=1.3; а-распределение, рассчитано по динамической теории, б-кинематическое приближение).

Дифракция на ультратонкой кристаллической пленке. Это наиболее простая модель гетероструктуры, состоящая из толстой совершенной подложки, на которой сверху наращивается ультратонкий слой другого химического состава. В данном случае на совершенный монокристалл GaN наращивается пленка $In_{0.3}Ga_{70}N$. Пленка является неоднородной, то есть имеет место градиент деформации по глубине для сшивания параметров решетки.

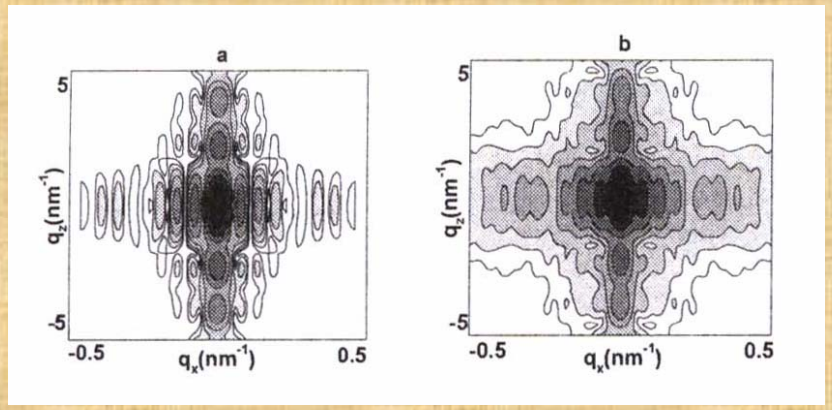


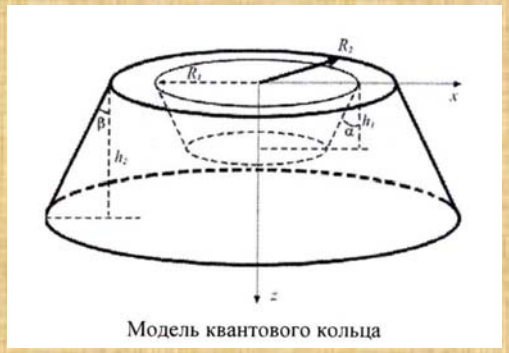
Приведен пример сравнительного анализа измеренной (a) и расчетной (b) карт распределения интенсивности рассеяния от системы $In_{0.3}Ga_{70}N$/ GaN. Экспериментальное распределение интенсивности получено на трехкристальном рентгеновском дифрактометре.

Дифракция на одиночной квантовой нити с упруго-изогнутыми атомными плоскостями. При создании КН возникают деформации кристаллической решетки внутри самой нити из-за рассогласований элементарных ячеек. Наличие упругого изгиба атомных плоскостей сильно влияет на дифракционную картину. На рис.показаны расчетные карты распределения интенсивности рассеяния от таких структур InP с идеальной решеткой (а) и с упруго-изогнутыми атомными плоскостями (б).

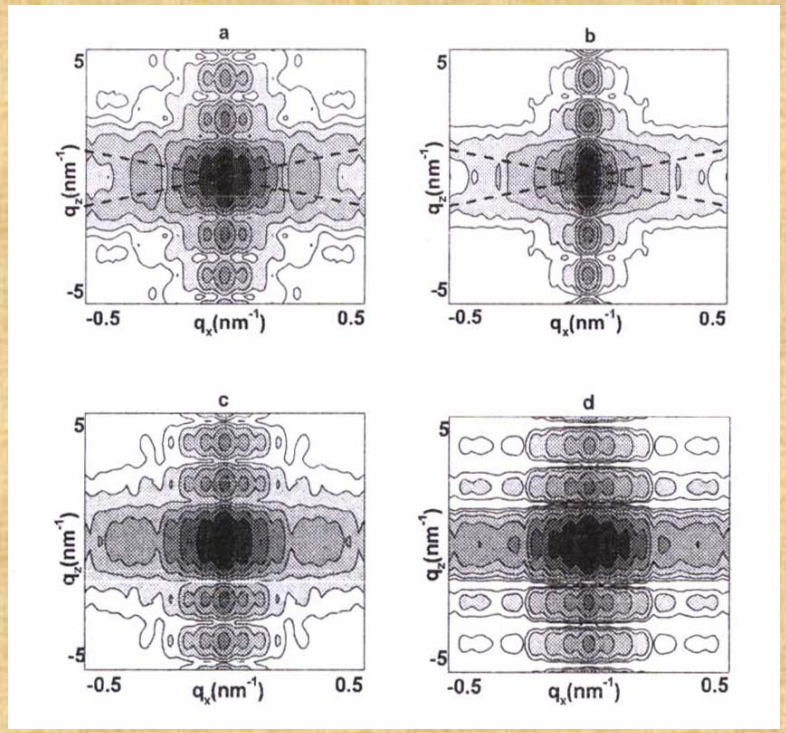


Представлены карты распределения интенсивности диффузного рассеяния от эпитаксиального слоя с квантовыми кольцами (α=-60°, β=45° и h_1= 3нм) для сечения в плоскости дифракции и для случая трехкристальной схемы регистрации.





Модель квантового кольца



Угловые распределения изодиффузных линий от квантовых колец разной формы показаны. Для колец вулкановидной формы с α=-60°, β=60° и h_1=4нм , то есть в слу-чае, когда образующие конусов параллельны, картина диффузного рассеяния характеризуется расщеплением горизонтальной полосы на два направления, показанные штрихованными ли-ниями (а). Эти направления, как и в случае квантовых нитей трапецеидального сечения, определяются углом наклона боковых поверх-ностей относительно оснований. Такое же рас-щепление наблюдается для модели наноостровков в отсутствии «кратеров», то есть в случае трансформации квантовых колец в квантовые точки в форме усеченного цилиндра (б). Рисунок (с) демонстрирует карту диффузного рассеяния для квантового кольца, внешняя фор-ма которого имеет геометрию цилиндра, а «кра-тер» - геометрию перевернутого усеченного конуса (α= -60°, β =0° и h_1 = 4нм).

2. Метод толщинных зависимостей измеренных интенсивностей для изучения дефектов в кристаллах

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 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

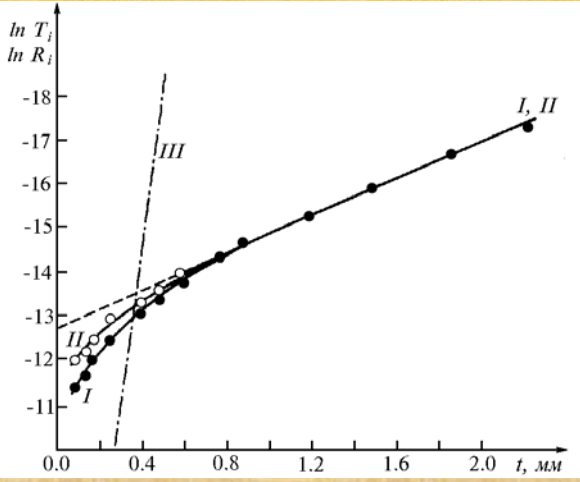
$$ln(R_i) = f(t) = -\mu_i t + y_i$$

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

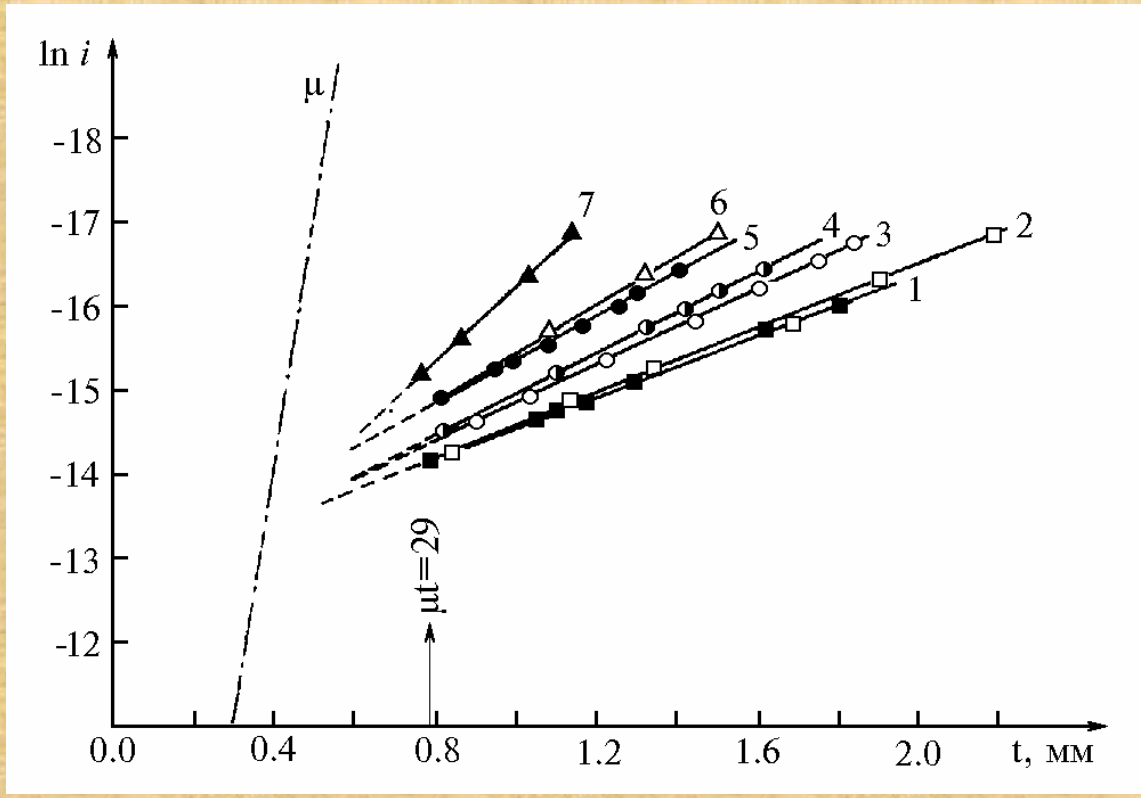
$$\ln R_i + 0.5 \ln \frac{t}{\cos\theta_B} = -\mu_i t + y_i$$

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

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



Зависимость логарифма интегральных коэффициентов прохождения (кривая I) и отражения (кривая II) в зависимости от толщины монокристалла германия с плотностью дислокаций $1x10^2 см^{-2}$. Кривая III соответствует нормальному фотоэлектрическому поглощению.



Зависимости логарифма интегральной интенсивности АПРЛ от толщины (в области приближения толстого кристалла) для различных плотностей дислокаций. - нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения, равный для монокристаллов германия 369,6см-1. Кривые соответствуют: 1- n_d=3x10²см⁻², 2-7x10², 3-5,7x10³, 4-9,5x10³, 5-1,2x10⁴, 6-2,2x10⁴, 7-1,5x10⁵см⁻².

Интегральная интенсивность – основа 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 $\Delta\lambda$ конечную спектральную ширину , во-вторых, любой измерительный прибор будет вносить аберрации, 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

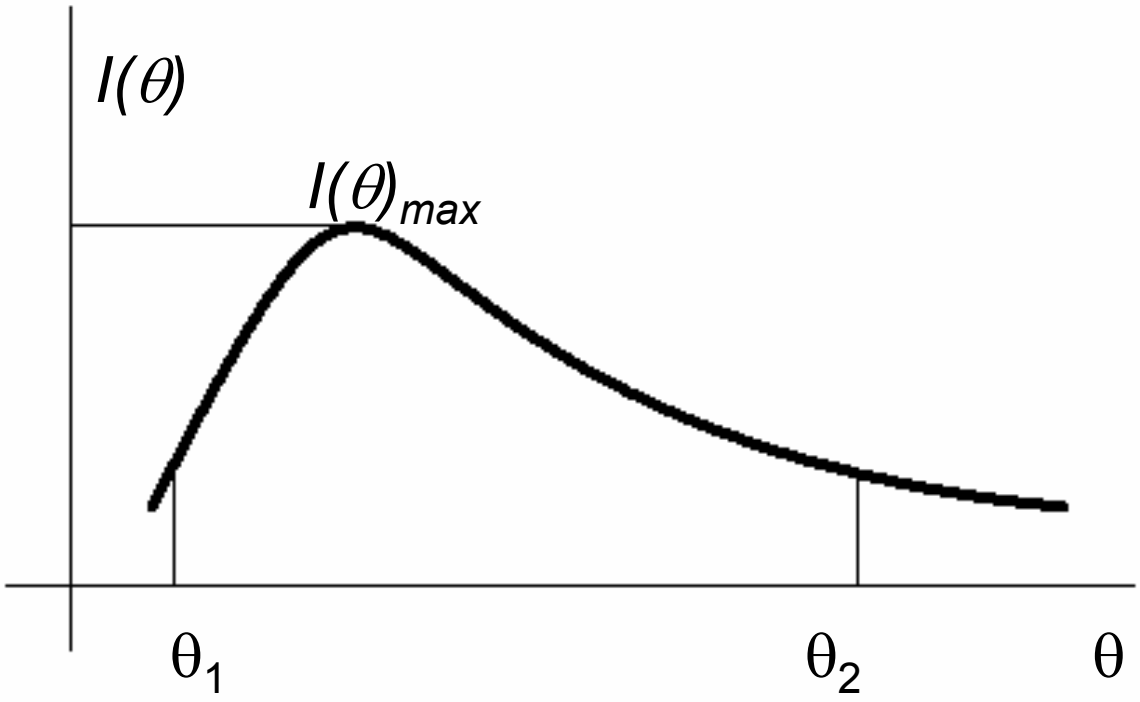
$$R_e(\theta) = R(\theta) * A_\alpha(\alpha,\theta) * A_\lambda(\lambda,\theta) * A_a(\theta)$$

где $A_\alpha(\alpha,\Theta)$ - аберрационная функция, обусловленная расходимостью первичного пучка, $A_\lambda(\lambda,\Theta)$ - спектральная функция , $A_a(\Theta)$ - функция, учитывающая аберрации 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.

$$R_i' = \int R'(\theta)d\theta = \int R(\theta)d\theta \cdot \int A_\alpha(\alpha,\theta)d\theta \cdot \int A_\lambda(\lambda,\theta)d\theta \cdot \int A_a(\theta)d\theta =$$

$$= A(\alpha,\lambda) \cdot \int R(\theta)d\theta = A(\alpha,\lambda) \cdot R_i$$

где $A(\alpha,\lambda)$ – аберрационная функция прибора



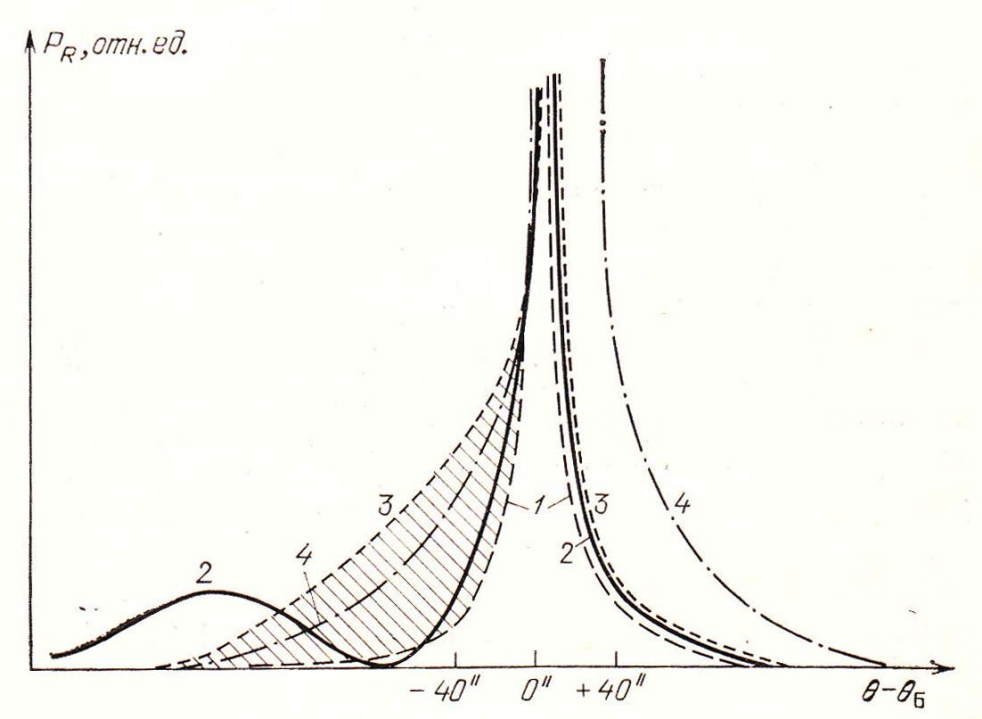
$I_{max}(\theta)$

$$R_i(\theta) = A(\alpha, \lambda) \cdot \int_{\theta_1}^{\theta_2} R(\theta)\, d\theta$$

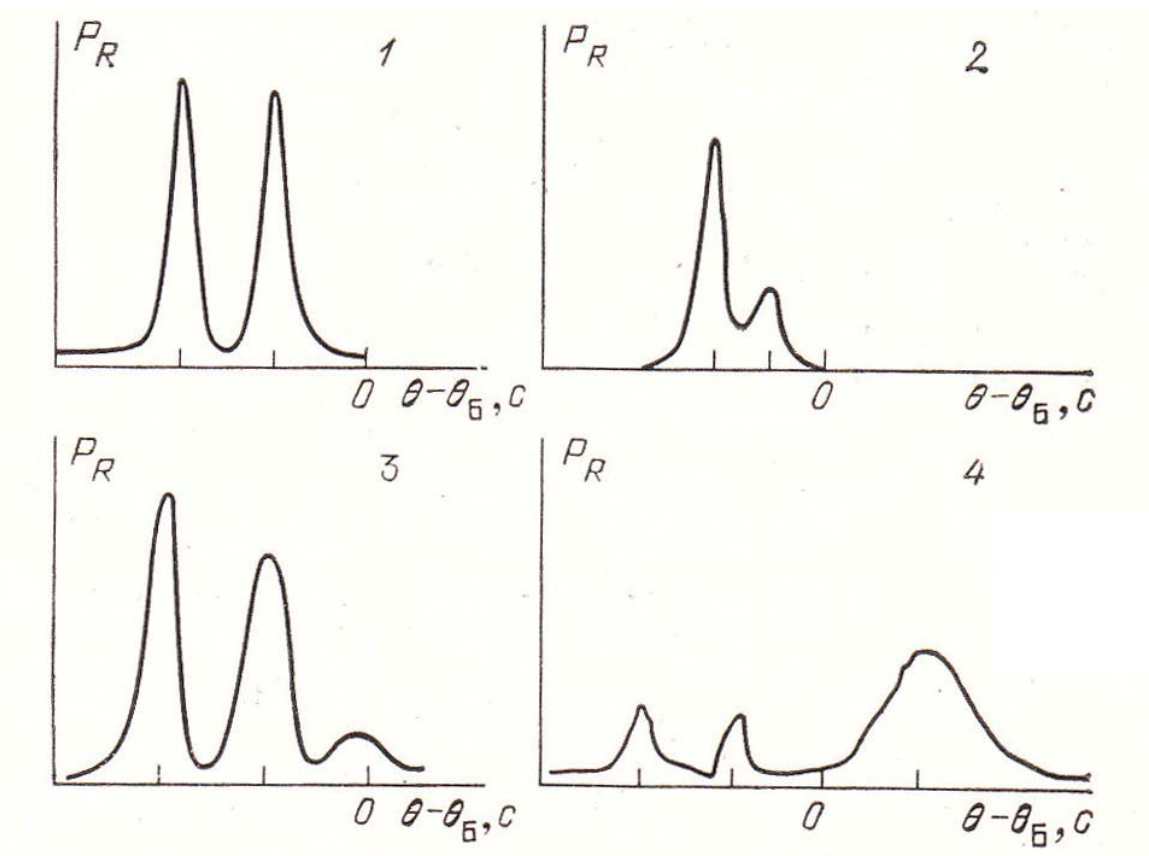
$$R_i(\theta) = A(\alpha, \lambda) \cdot \int_{\theta_1}^{\theta_2} R(\theta)\, d\theta$$

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

Примеры исследования различных структур на двух- и трехкристальных дифрактометрах



Двухкристальные кривые отражения от монокристалла кремния имплантированного ионами B^+ с энергией 35 кэв с различными дозами. 1-кривая отражения совершенного кристалла кремния;
2-$D=6{,}2X10^{15}$ атом/см^2;
3-$D=3{,}1X10^{15}$ атом/см^2;
4-$D=6{,}3X10^{15}$ с последующим отжигом при $T=1000^0$C в атмосфере азота.



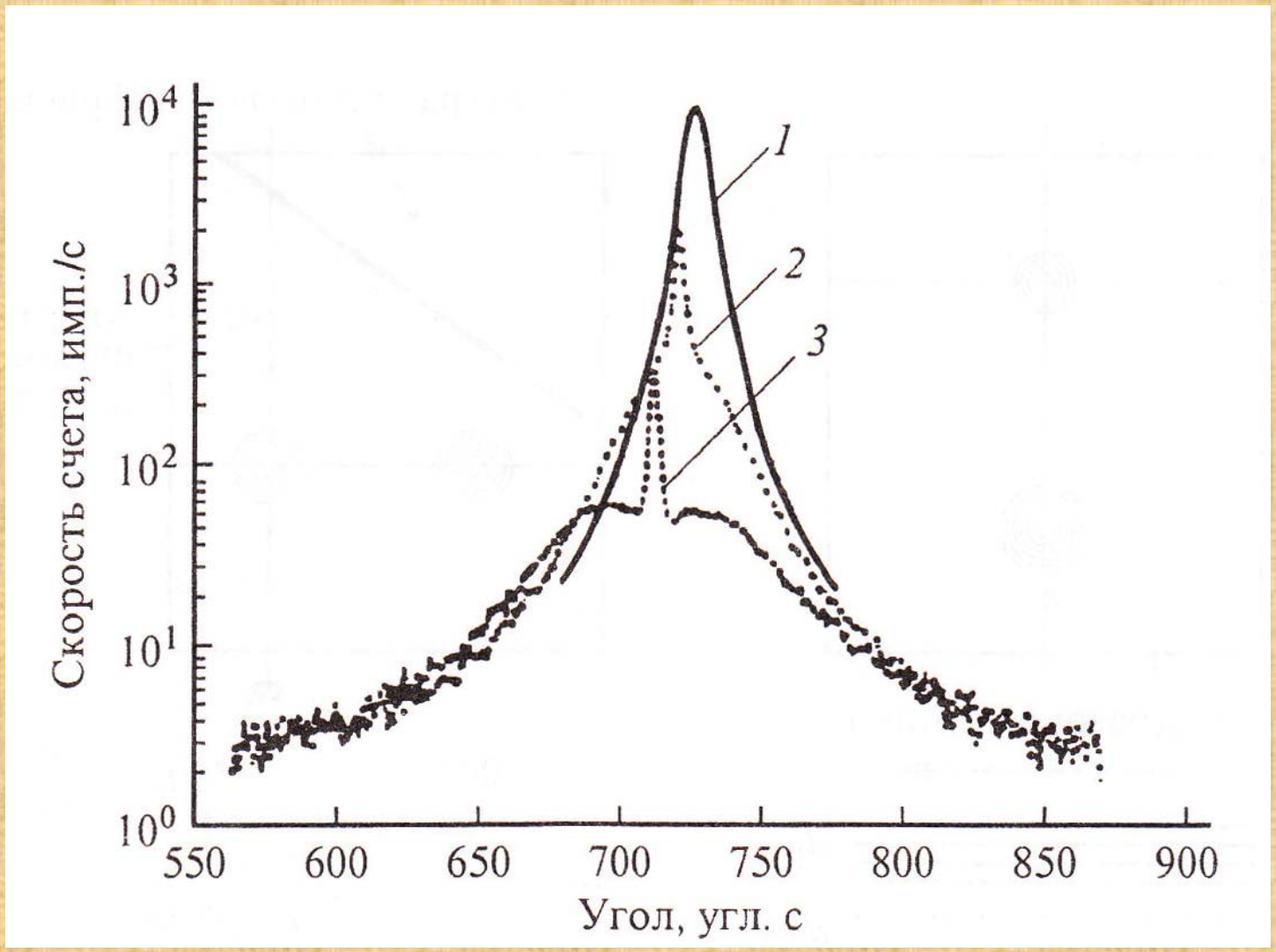
Трехкристальные кривые отражения от монокристалла кремния имплантированного ионами B+ с энергией 35 кэв с различными дозами.

1-кривая отражения совершенного кристалла кремния;

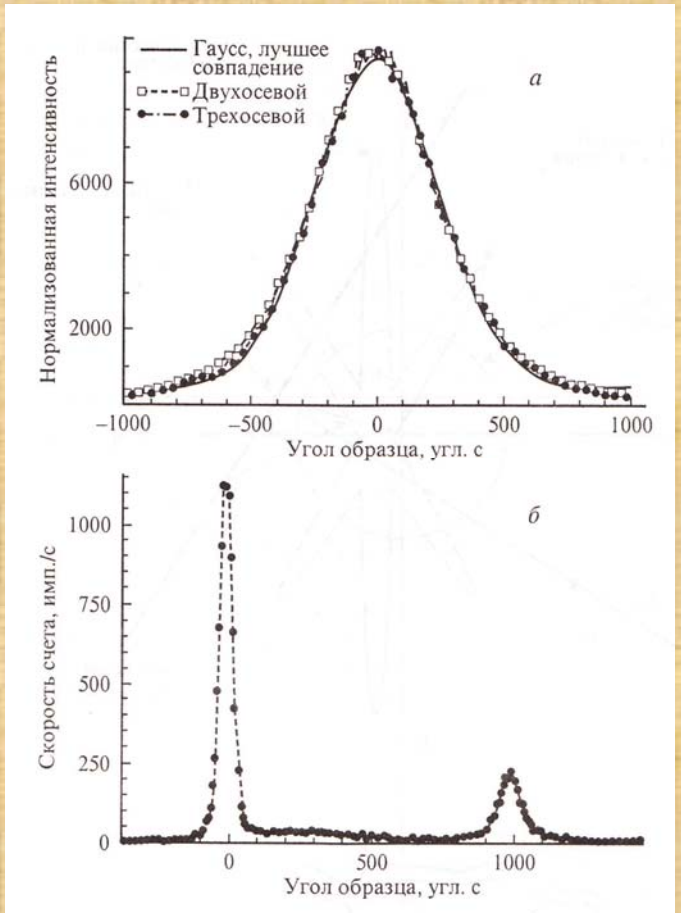
2-D=6,2X10^{15} атом/см^2;

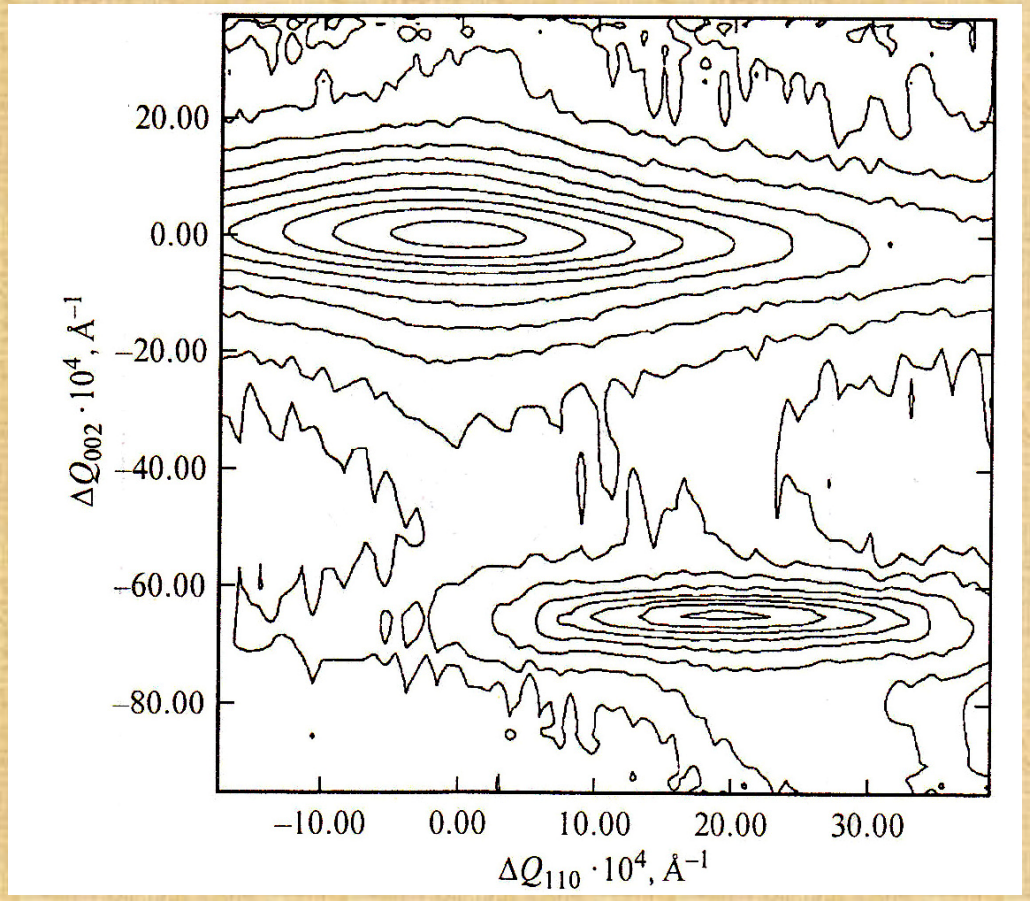
3-D=3,1X10^{15} атом/см^2;

4-D=6,3X10^{15} атом/см^2 с последующим отжигом при T=1000^{0}C в атмосфере азота.



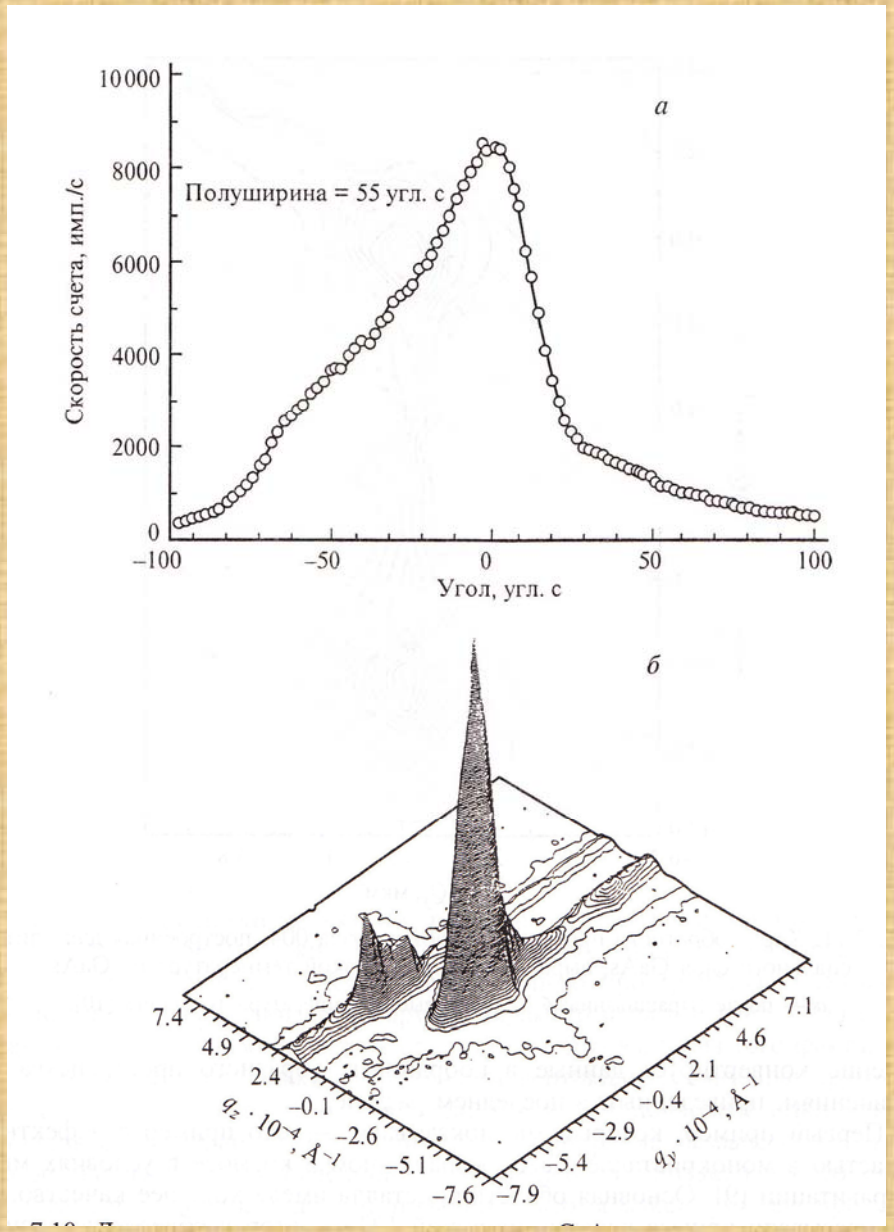
Трехкристальные кривые отражения от монокристалла GaAs с нарушенным при полировке приповерхностным слоем (отражение 004, излучение CuKα). 2θ-сканирование со смещением образца: 1-смещение10’’; 2-смещение 20’’; -смещение 30’’.





Двух- и трехкристальные кривые отражения эпитаксиального слоя GaN на сапфире (поверхность кристалла 0001, отражение 0002, излучение CuKα). Монохроматор – ассиметричный срез монокристалла кремния 022; анализатор – кремний, симметричное отражение 111.

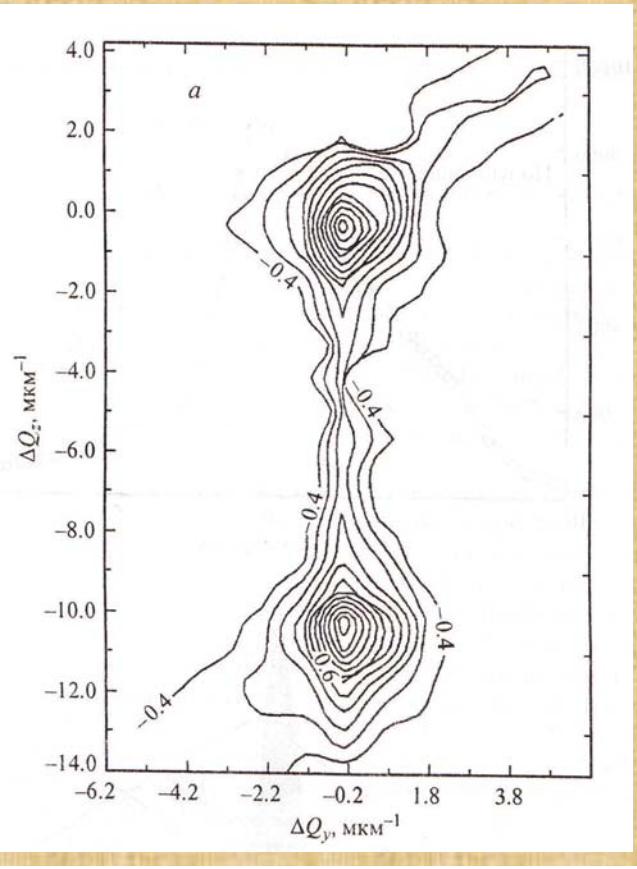
а) - θ-сканирование; б) – 2θ-сканирование; с-карта обратного пространства

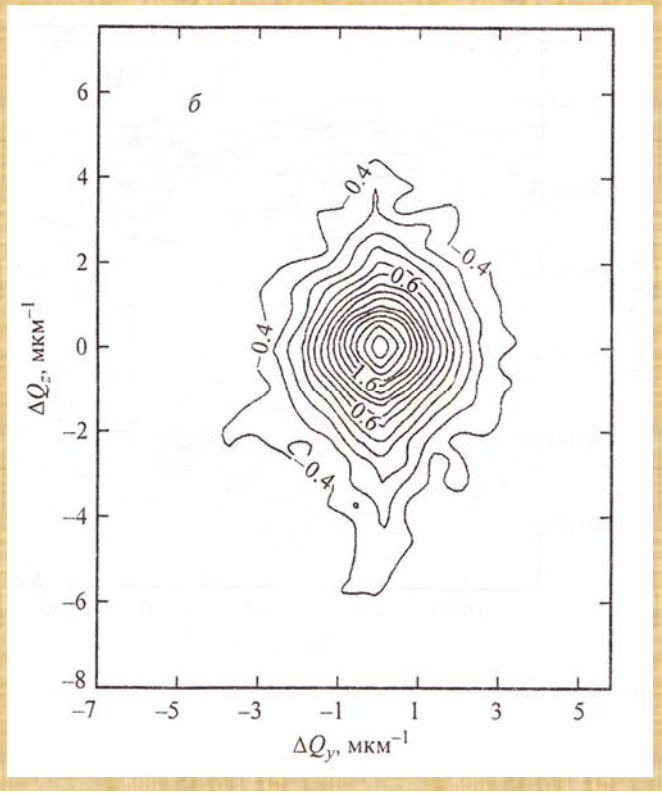


а) – Двухкристальная кривая отражения кристалла GaAs, выращенного в космосе после того как в нагревателе произошел сбой;

б) - соответствующая трехкристальная карта обратного пространства.

Отражение 004, излучение CuKα .





Карта обратного пространства вблизи узла 004, построенная для эпитаксиального слоя GaAs выращенного при низкой температуре на подложке GaAs.

а-после выращивания,

б-после высокотемпературного отжига

1. Takagi S.
On the Temperature Diffuse Scattering of Electrons,
J.Phys.Soc.Japan,1958,13,2,278-286;
J.Phys.Soc.Japan,1958,13,3,287-296

2. Dederichs P.H. Dynamic Scattering Theory for Crystals With Point Defects, Phys.Stat. Sol.,1967,23,1,377-386

3. Кривоглаз М.А.
Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов в неидеальных кристаллах,
Наука, Москва,1967,336с.

4. Кривоглаз М.А.
Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах,
Наукова думка,Киев,1983,407с.

5. Молодкин В.Б. Классификация дефектов кристалла по их влиянию на дифракцию излучений в рамках динамической теории рассеяния,
Металлофизика,1980,2,1,3-24

6. Даценко Л.И.,Молодкин В.Б.,Осиновский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами, Наукова думка,Киев,1988,196с.

8. Молодкин В.Б.,Олиховский С.И.,Осиновский М.Е. Динамическая теория диффузного рассеяния излучений в кристаллах с дефектами кулоновского типа, Металлофизика,1983,5,5,3-11

9. Молодкин В.Б.,Олиховский С.И.,Осиновский М.Е. О применениии диффузного рассеяния рентгеновских лучей для исследования структурного совершенства монокристаллов, Металлофизика,1983,5,6,112-114

10. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н. Влияние нарушений периодичности на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей, ФТТ,1962,4,9,2397-2410

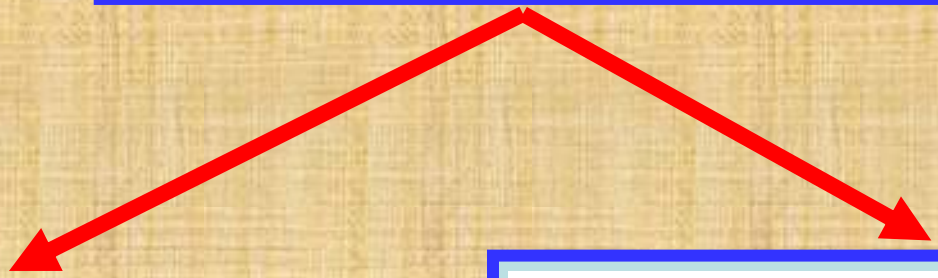
11. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н. Влияние плотности дислокаций на эффект АПРЛ в гермении, ФТТ,1962,4,10,2908-2916

I. Рентгеновская дифракционная микроскопия (топография) вчера, сегодня, завтра

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Методы исследования реальной структуры кристаллов



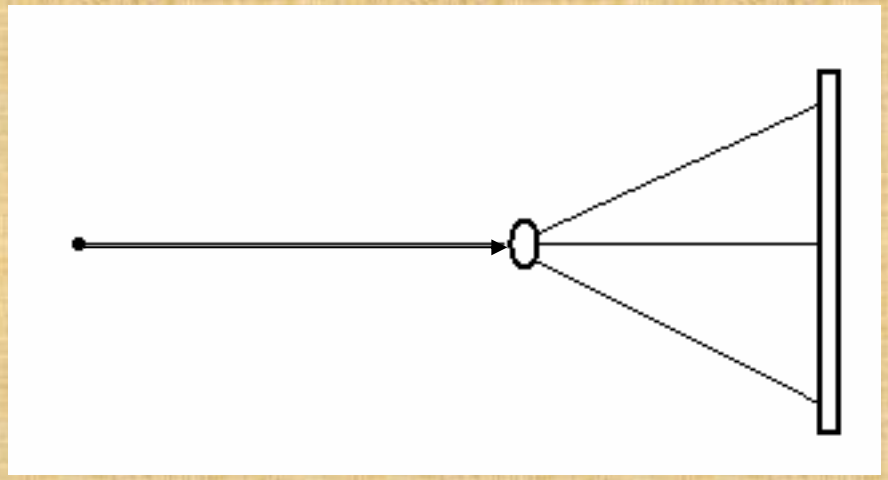
Интегральные методы исследования реальной структуры кристаллов

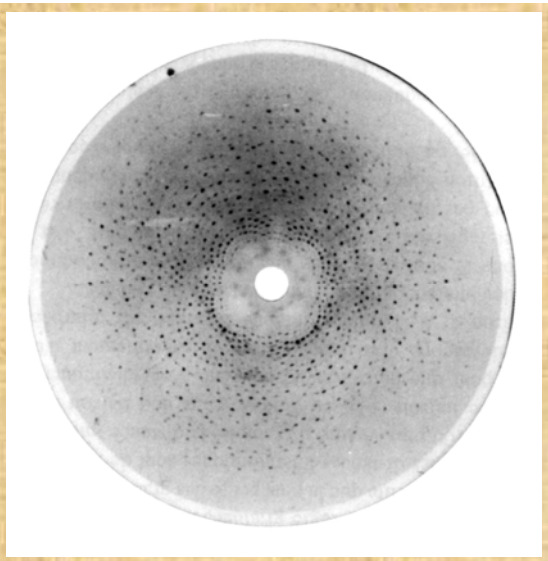
1. Изучение формы дифракционных рефлексов
2. Изучение диффузного рассеяния

Прямые методы наблюдения и изучения дефектов в кристаллах

1. **Рентгеновская дифракционная микроскопия (топография)**
2. Электронная микроскопия на просвет (TEM, HREM)
3. Сканирующая ЭМ (SEM)
4. Рентгеновский микроанализ
5. Дифракционные методы исследования поверхности

Источники информации в структурном анализе





1. Геометрия дифракционной картины → Элементарная ячейка кристалла, Параметры ***a, b, c,*** α, β, γ, симметрия решетки

2. Интенсивности дифракционных пятен - рефлексов → Функция распределения электронной плотности

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} F(\mathbf{H}) \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})}$$

3. Тонкая структура дифракционных рефлексов и диффузного рассеяния → **Реальная структура кристаллов - дефекты, нарушения совершенства кристаллов**

1. *Классические методы рентгеновской топографии (РТ)*

История вопроса. Основные идеи Берга, лежащие в основе дифракционной топографии
Метод Берга - Барретта
Другие схемы РТ (метод Шульца, Ламбо, Гинье-Тенневина, метод Фудживара)
Линейное и угловое разрешение
Основные механизмы дифракционного изображения кристаллов
Возможности количественных измерений локальных деформаций кристаллической решетки

2. *Рентгеновская топография высокого разрешения*

Метод Ланга его возможности
Линейное и угловое разрешение
Чувствительность к разориентациям и дилатациям решетки
Методы аномального прохождения, основанные на эффекте Бормана
Секционная топография
Физические основы теории контраста. Методы моделирования и расчета изображений

3. *Плосковолновая топография*

Возможность анализировать дисторсию решетки, (разделение влияния деформации - изменение параметров решетки) и разориентации. Двукристальная рентгеновская топография и спектроскопия
Трехкристальная топграфия. Для чего требуются усложнения рентгеновских топографических схем
Возможности и ограничения

4. *Рентгеновская топография в синхротронном излучении*

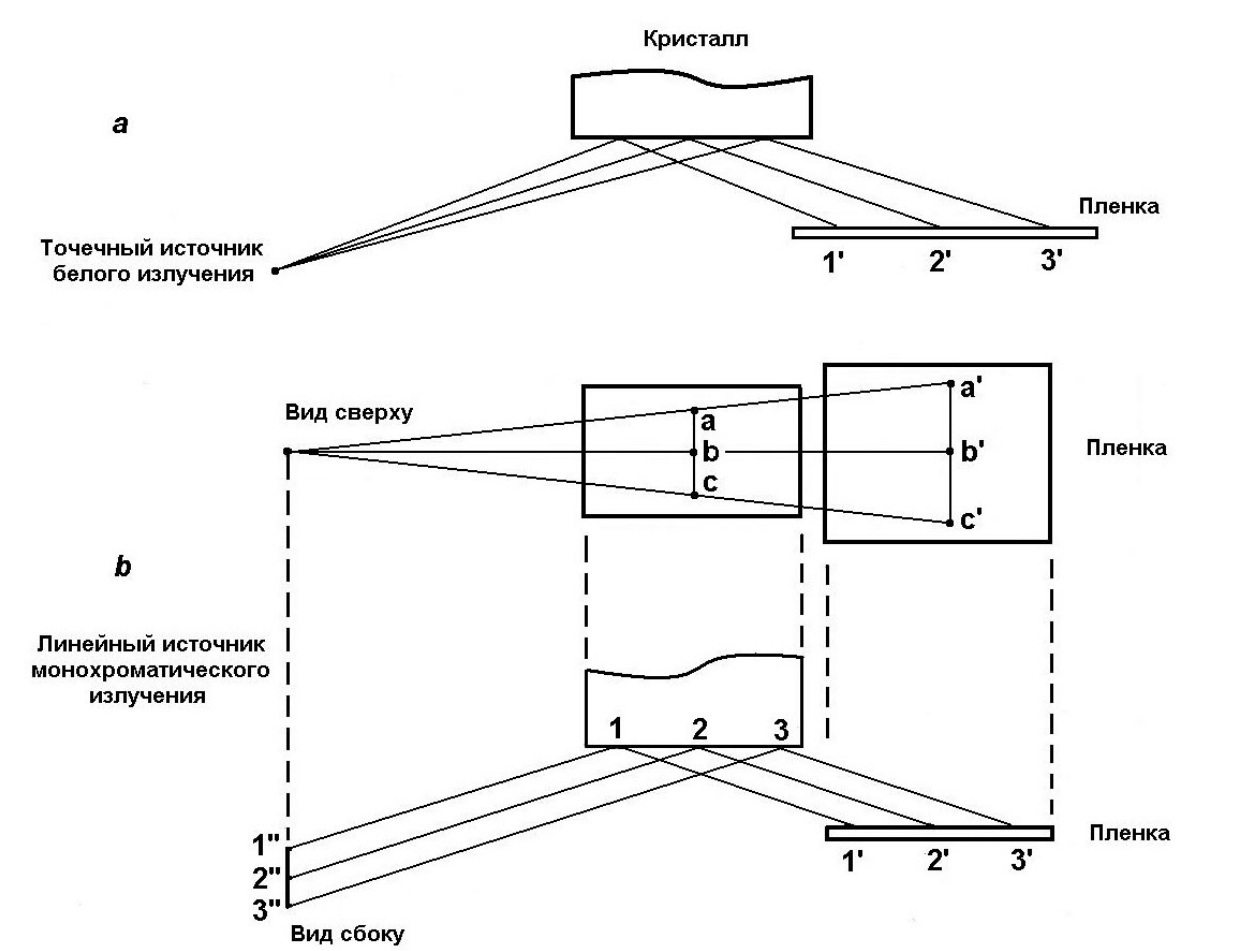
Методы получения излучения, особенности спектра, величины интенсивности
Топография в непрерывном спектре
Фазовая топография, основанная на преломлении рентгеновских лучей, и ее возможности
Двукристальная и многокристальная топография
Специальные возможности топографии в синхротронном излучении

Рентгеновская дифракционная топография (микроскопия)
это - совокупность дифракционных методов позволяющих

увидеть **дефекты кристаллической структуры, определить их тип, пространственное положение в объеме кристалла или на его поверхности.**

Эти методы еще называют *прямыми методами* изучения реальной структуры кристаллов

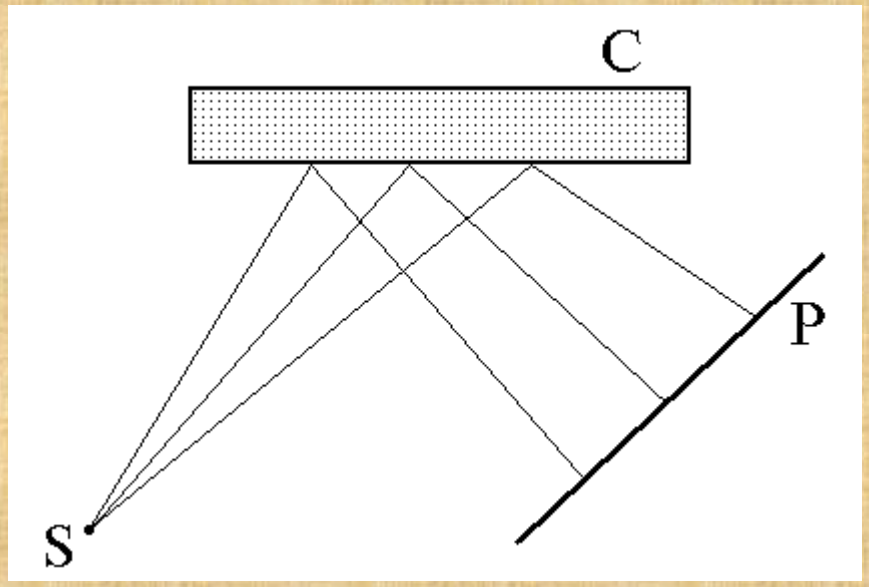
Идея получения микрорентгенограмм (топограмм), высказанная Бергом в 1931 году



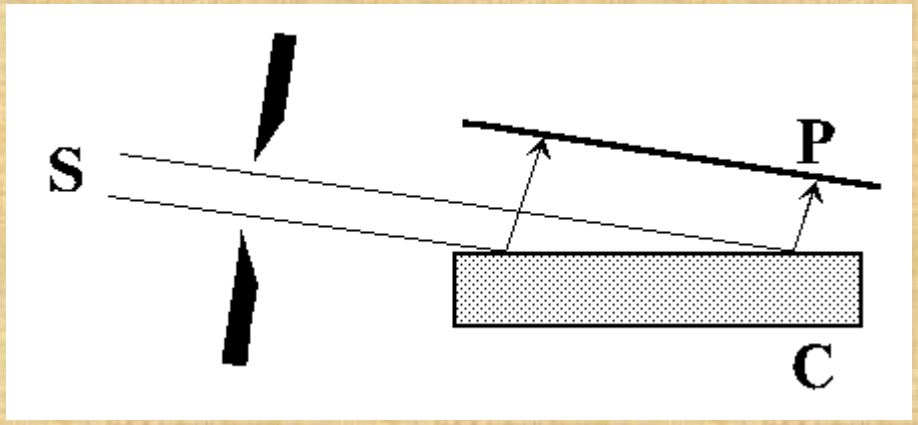
Berg W. Naturwissenschaften, 1931, 9, p.391
Berg W. Z.Krist., 1934, B89,3,p.286

Схемы съемки рентгеновских топограмм

S - источник рентгеновского излучения, C - исследуемый кристалл, P - фотопластинка



а) - по методу Шульца. Используется точечный источник, съемка в белом излучении. Применяется для исследования блочных кристаллов. Повороты блоков приводят к смещению их изображений на фотопластинке, что позволяет вычислить углы поворота.
Schulz L.G. Trans. AIME 1954, v.200, p.1082



б) по методу Берга-Барретта. Съемка проводится в монохроматическом излучении. Рентгеновский пучок падает на кристалл под скользящим (1-5 градусов) углом. Используется для наблюдения дефектов в тонких приповерхностных слоях кристаллов.
Berg W. Naturwissenschaften 1931, 19, p.391; Barrett C.S. Trans. AIME 1945, v.161, p.15

Схематическая иллюстрация к образованию экстинкционного и ориентационного контраста

Образец – С - матрица, А и В - островки

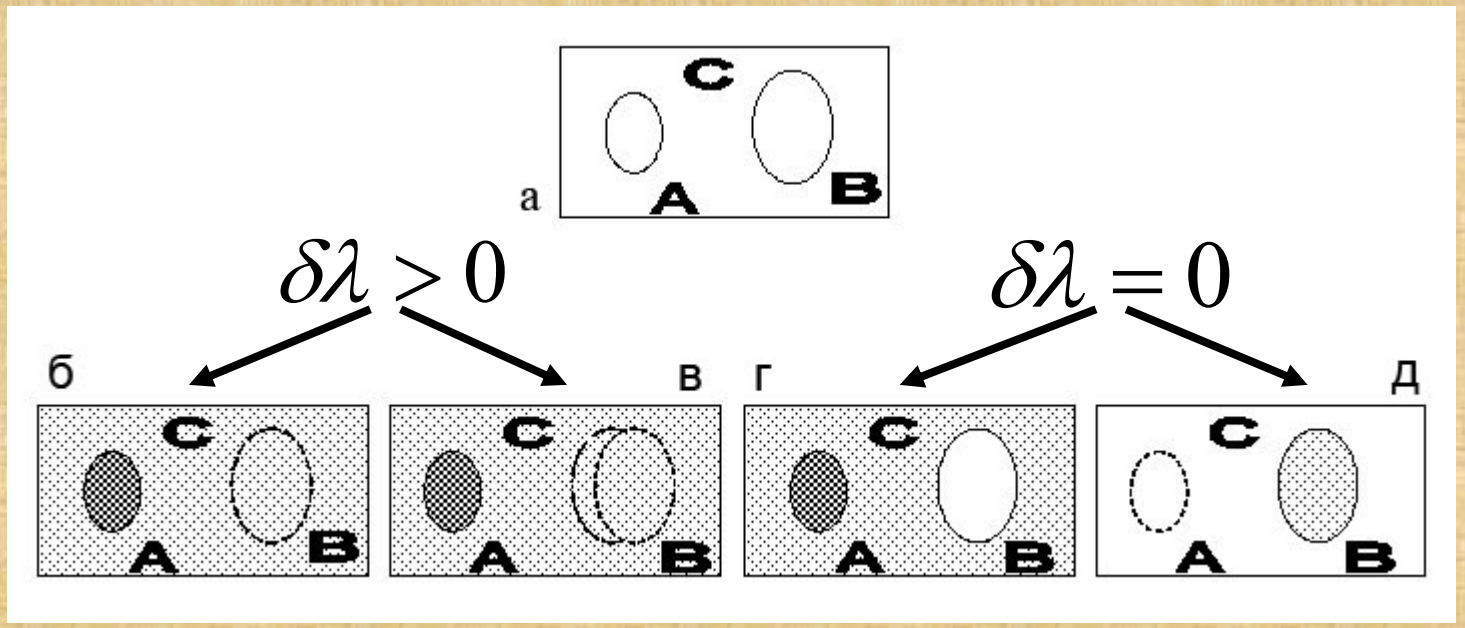
R_A, R_B, R_C – отражающая способность образца

$R_A > R_C$, $R_B = R_C$

$\mathbf{n}_A$, $\mathbf{n}_B$, $\mathbf{n}_C$ – единичные вектора нормали к отражающим плоскостям

$$\left(\mathbf{n}_A \wedge \mathbf{n}_C\right) = 0$$

$$\left(\mathbf{n}_B \wedge \mathbf{n}_C\right) = \alpha$$

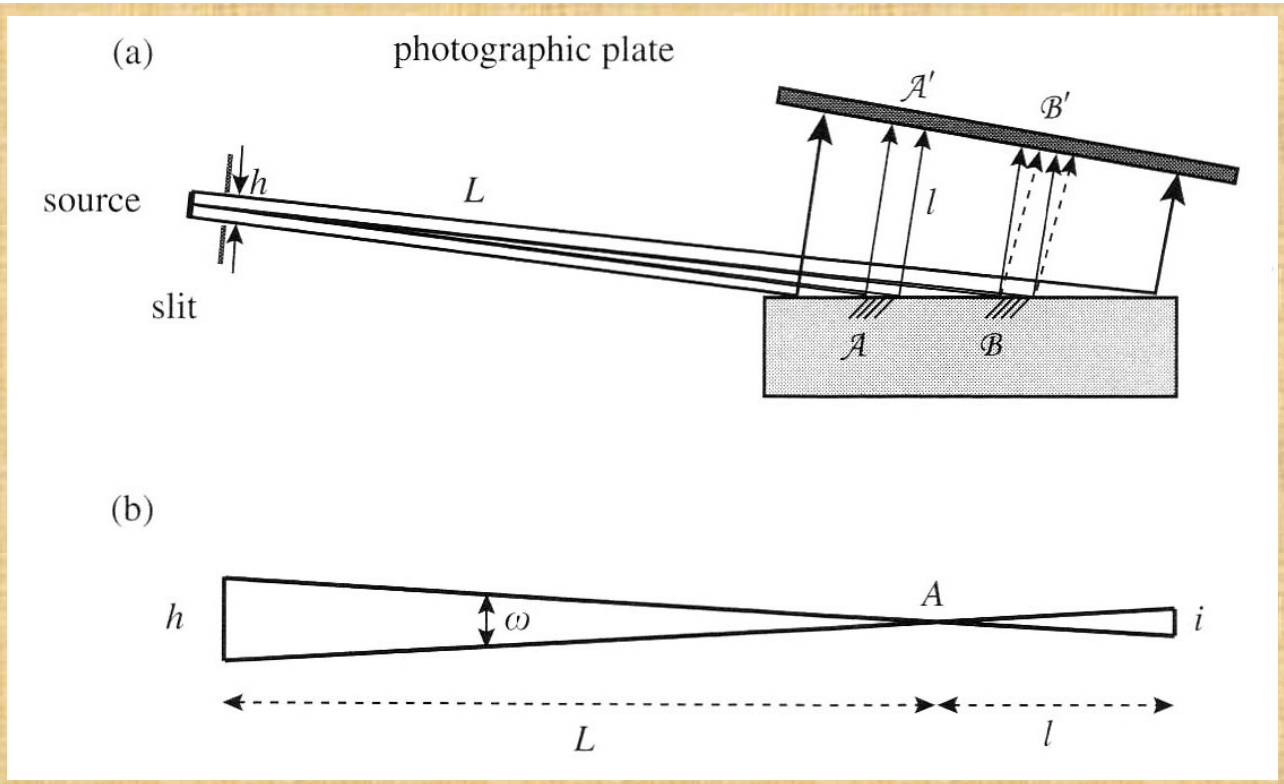


Схематическое изображение поверхности образца (а);
и характерные топограммы (б) и (в) в полихроматическом свете;
(г) и (д) в монохроматическом свете.

Эти два типа изображений получили названия ориентационный и экстинкционный контраст

Метод Берга-Барретта

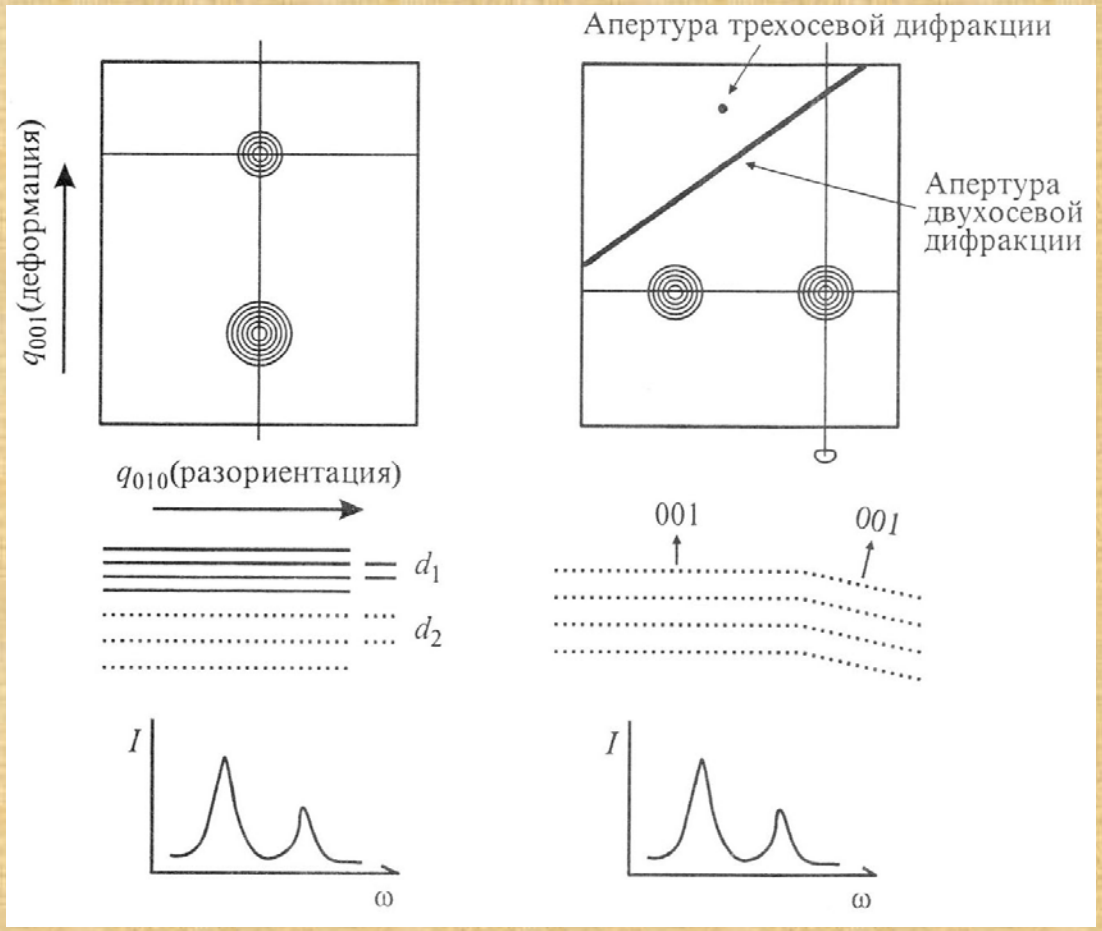
(а) Схема: **A** – участок образца, который имеет **отражающую способность отличную от соседних областей**; **B** – участок образца, где отражающие плоскости решетки имеют **отличную ориентацию или другой период решетки**.
(б) Схема, иллюстрирующая геометрическое разрешение: i – дифракционное изображение точки A на образце.



$$i = \frac{hl}{L} = \omega l$$

$$\delta x_D = \Lambda \cdot ctg\theta$$

Механизмы образования экстинкционного и разориентационного контраста



$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

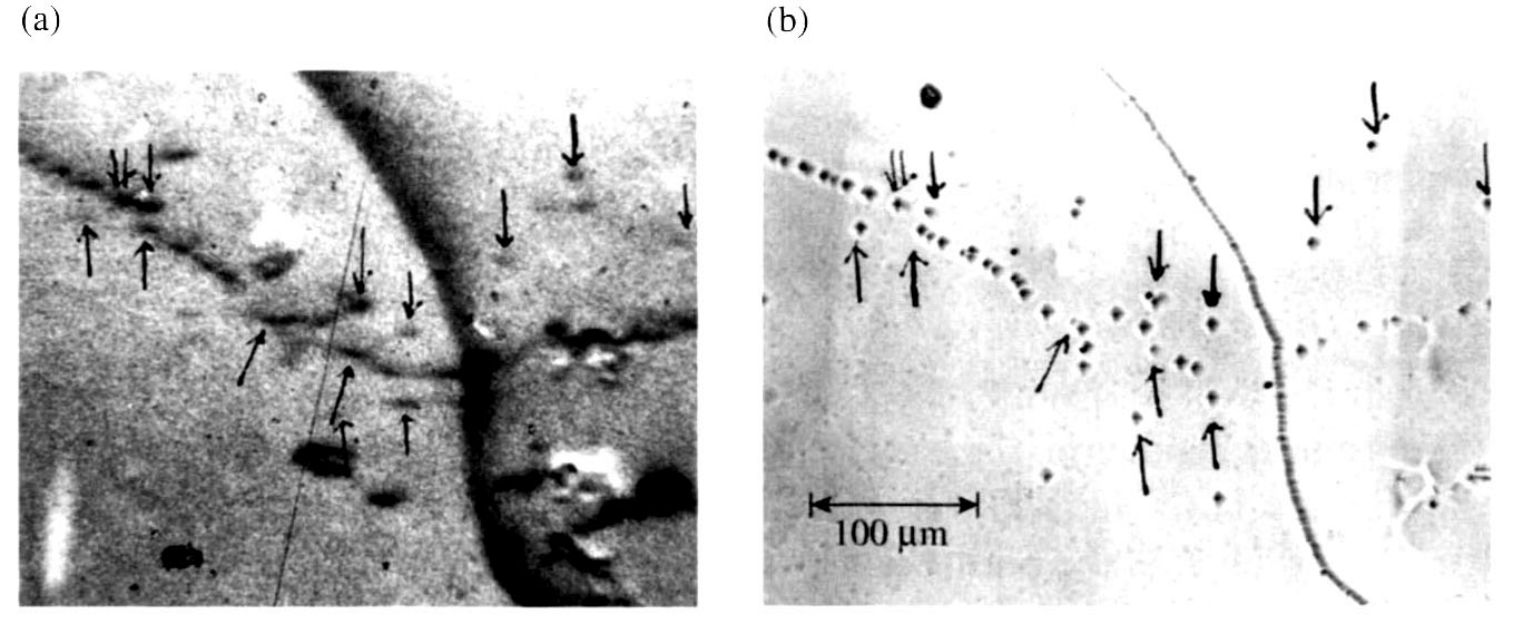
$$\delta\theta = \frac{\Delta d}{d} \cdot tg\theta + \Delta\theta$$

$$\delta d = \frac{\Delta d}{d} + \Delta\theta \cdot ctg\theta$$

D.K.Bowen, B.K.Tanner Hih Resolution X-Ray Diffractometry and Topography Taylor & Francis, (1998)

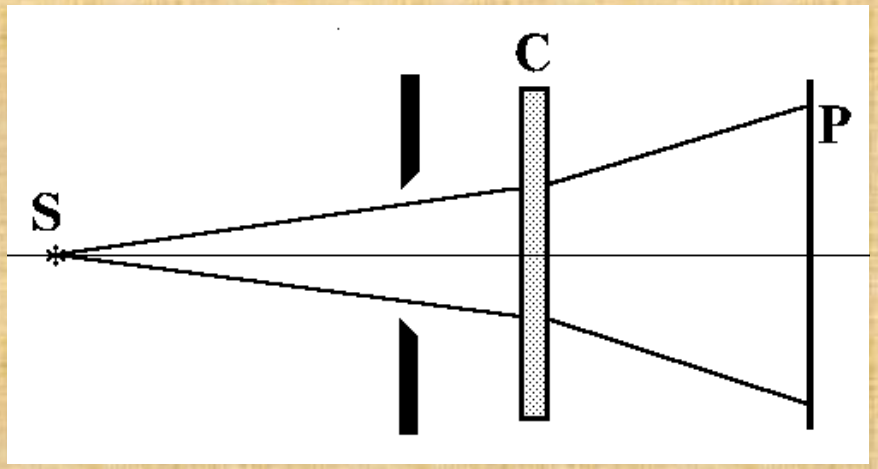
Сопоставление рентгеновской и оптической топограмм одного и того же кристалла

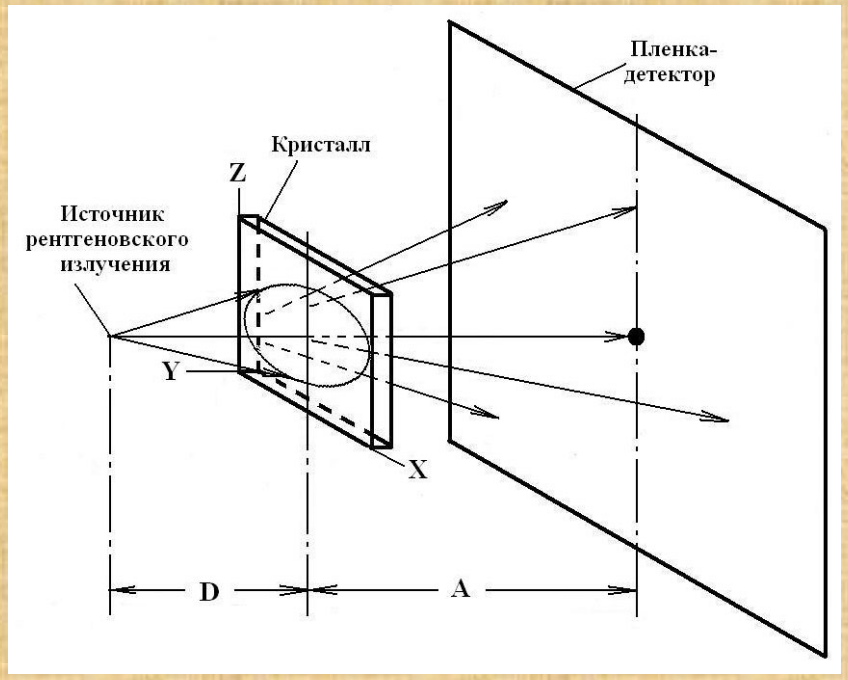
Выходы дислокаций на поверхность монокристалла LiF.
(а) Топограмма, снятая по методу Берга-Барретта, излучение CrKα, отражение (220);
(б) оптическая микрофотография того же фрагмента кристалла.
На фотографии видны ямки травления в местах выхода дислокаций на поверхность.



Kohra K. J.Phys.Soc.Jap. (1962), 17, 589-590

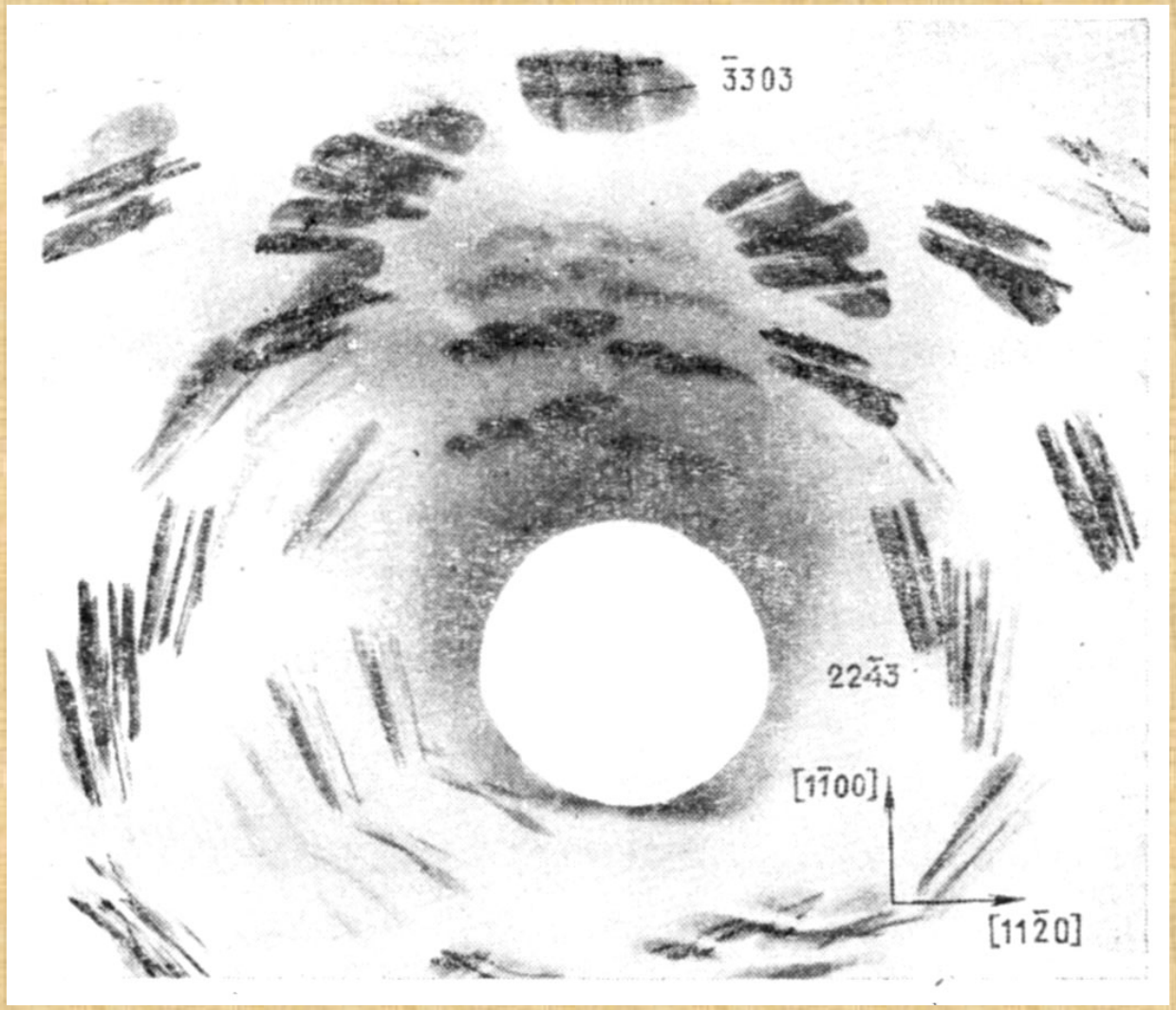
Схема топографии, предложенная Фудживаро





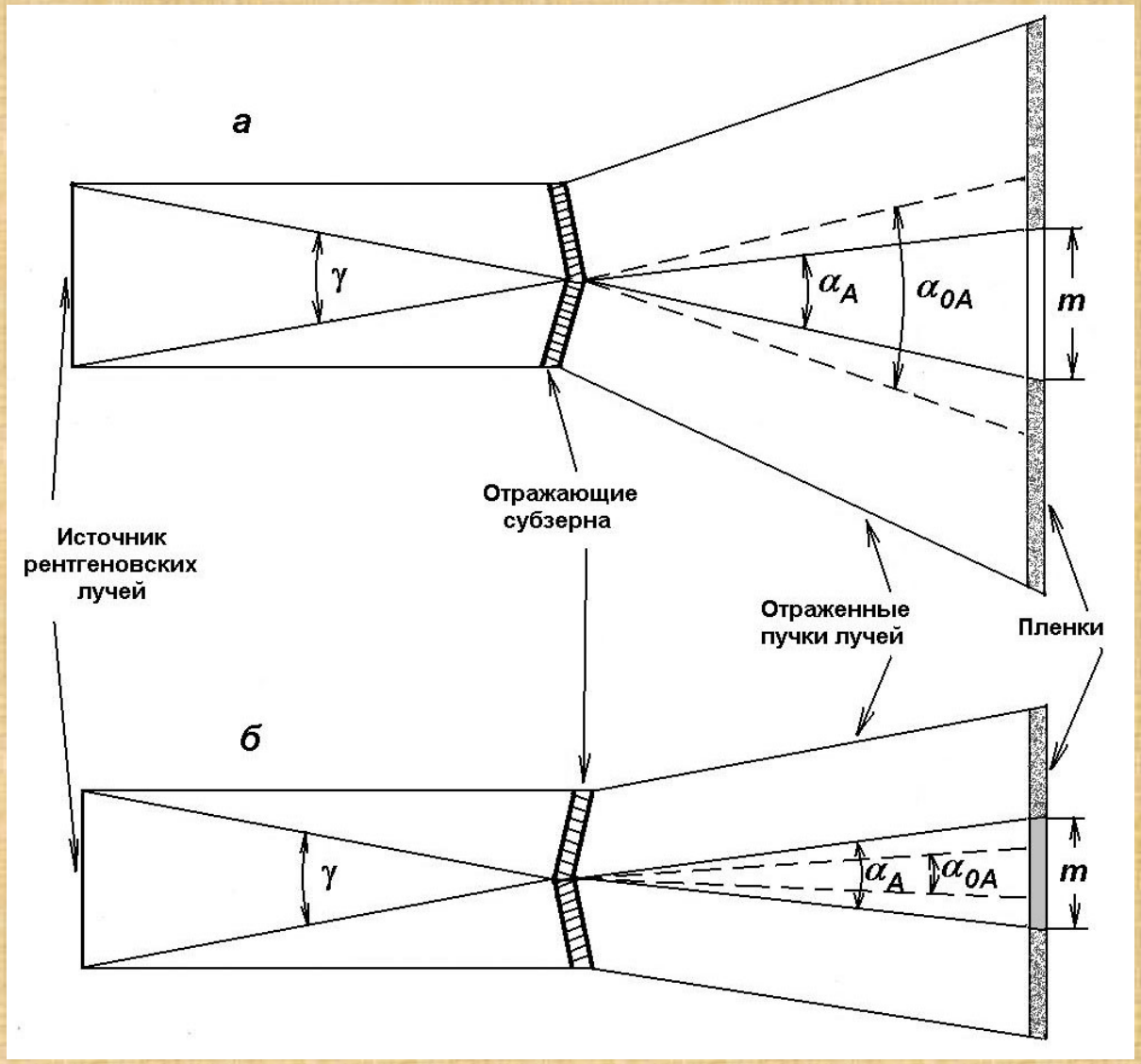
Fujiwara T. Memo. Defense Academy 1963, v.2,N 5, p.127

Рентгенограмма кристалла корунда, полученная методом Фудживара

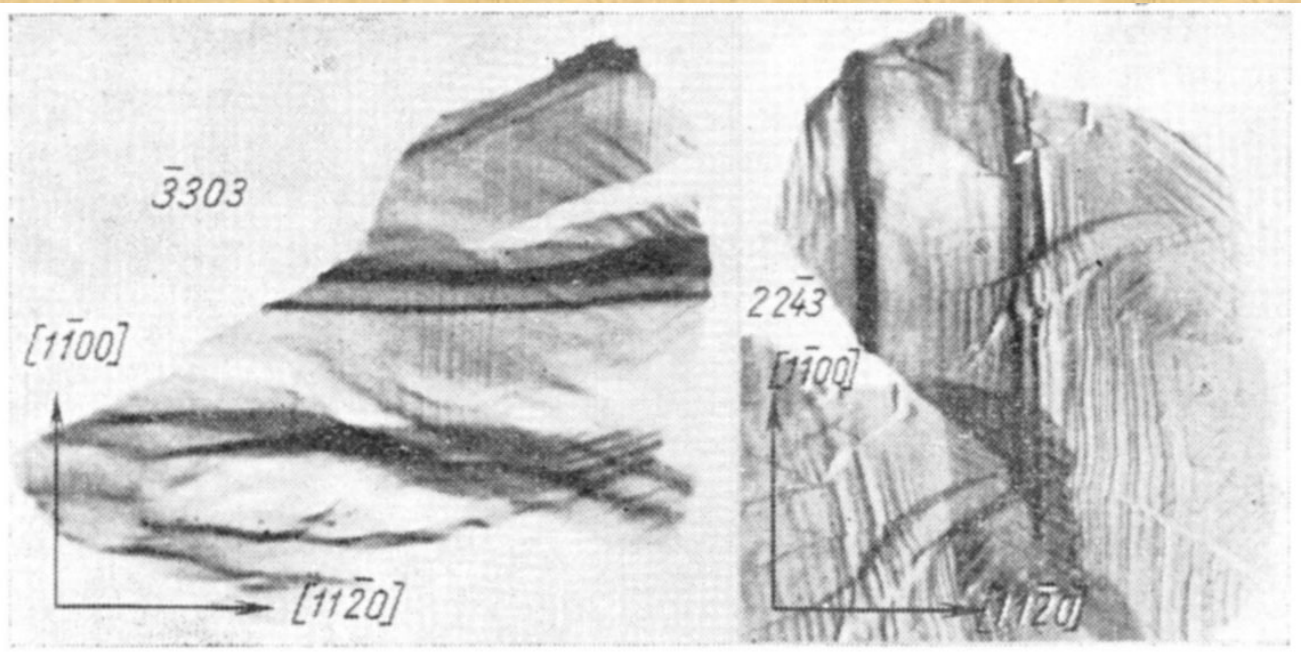


Fujiwara T., Dohi S.,Takeda T.Memo. Defense Academy 1963, v.3,N 2, p.17

Схема, иллюстрирующая образование светлых (а) и (б) темных граничных полос на топограммах

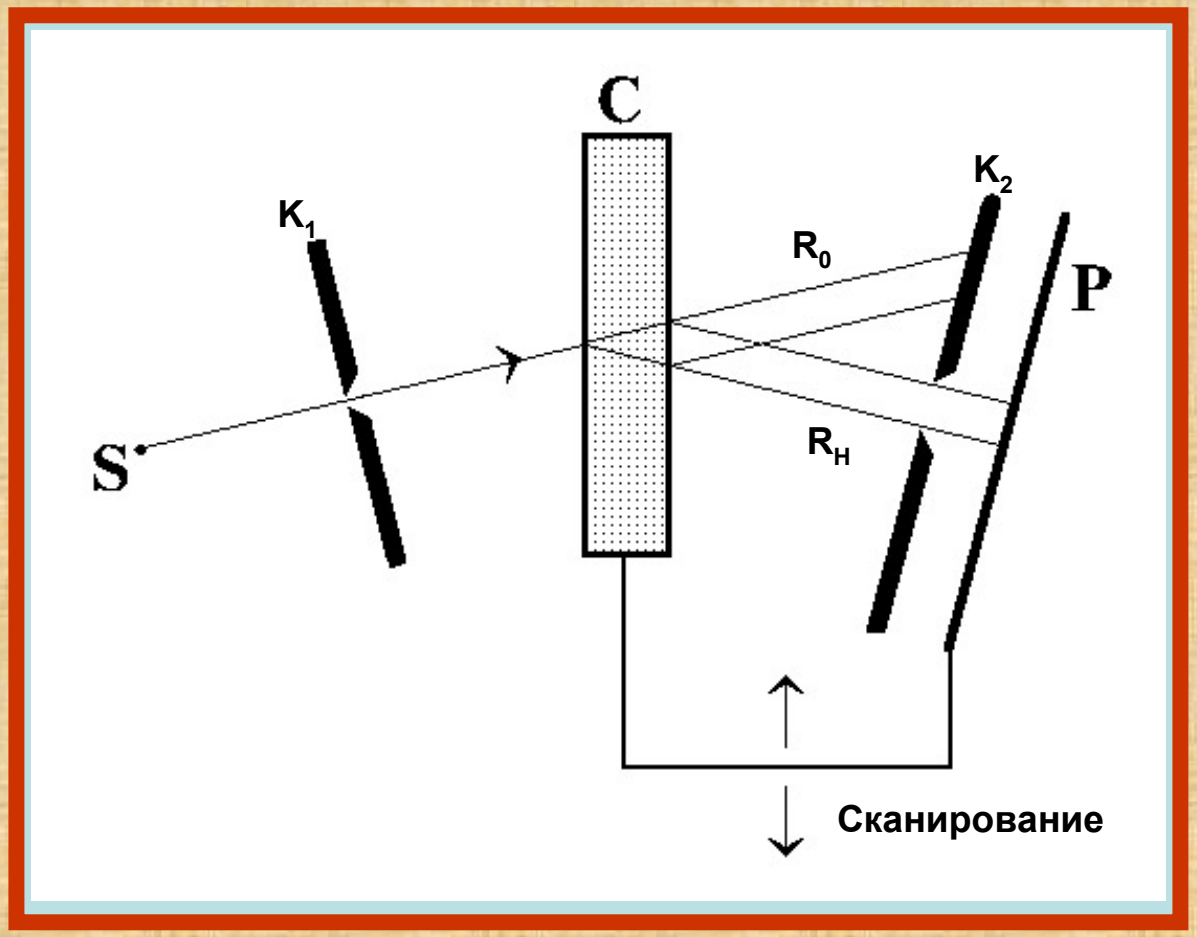


Отдельные интерференционные пятна, полученные методом Фудживара от кристалла корунда



Fujiwara T., Dohi S.,Takeda T.Memo. Defense Academy 1963, v.3,N 2, p.17

Метод Ланга



S-точечный источник рентгеновского излучения;
C-образец;
P-фотографическая пластика;
R_0 и R_H-проходящий и дифрагированный пучки;
K_1-щель коллиматора формирующая первичный пучок;
K_2-щель выбирающая дифрагированный или проходящий пучки для регистрации

A.R.Lang,
The Projection Topograph. A New Method in X-ray Diffraction Micrography,
Acta Cryst.12, 249-250, (1959)

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

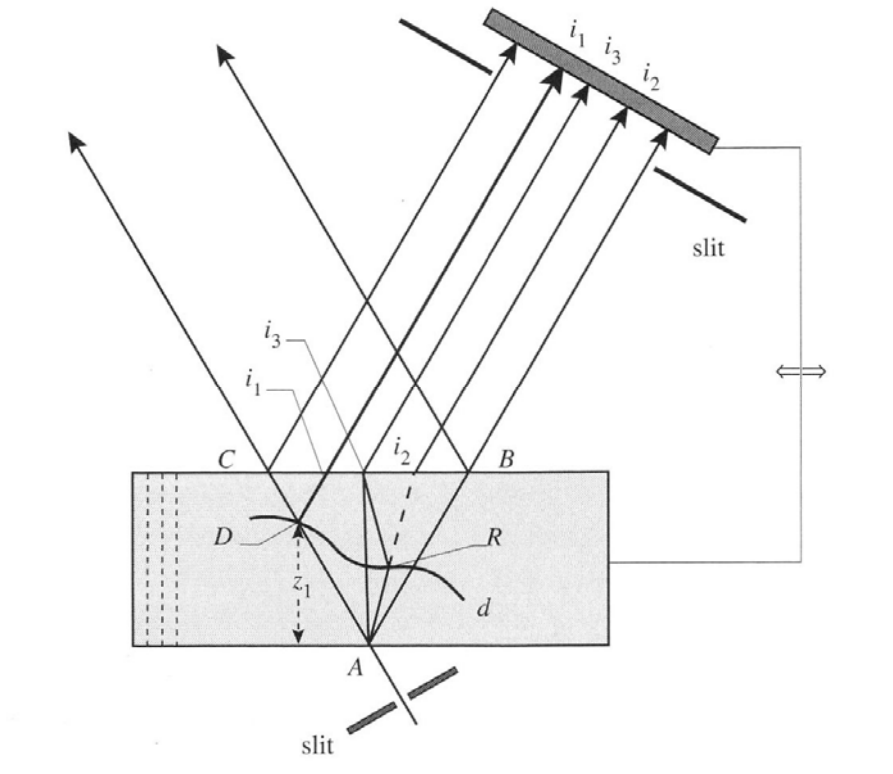
$$\delta\theta = \frac{\Delta d}{d} \cdot tg\theta + \Delta\theta$$

$$\beta_H\left(s_0, s_H\right) = \beta_0 - \frac{1}{K} \cdot \frac{\partial}{\partial s_H}(\mathbf{HU})$$

$$\begin{cases} \dfrac{\partial \psi_0}{\partial s_0} = -i\pi KC\chi_{\bar{H}}\psi_H \\ \dfrac{\partial \psi_H}{\partial s_H} = -i\pi KC\psi_0 + i2\pi K\beta_H \cdot \psi_H \end{cases}$$

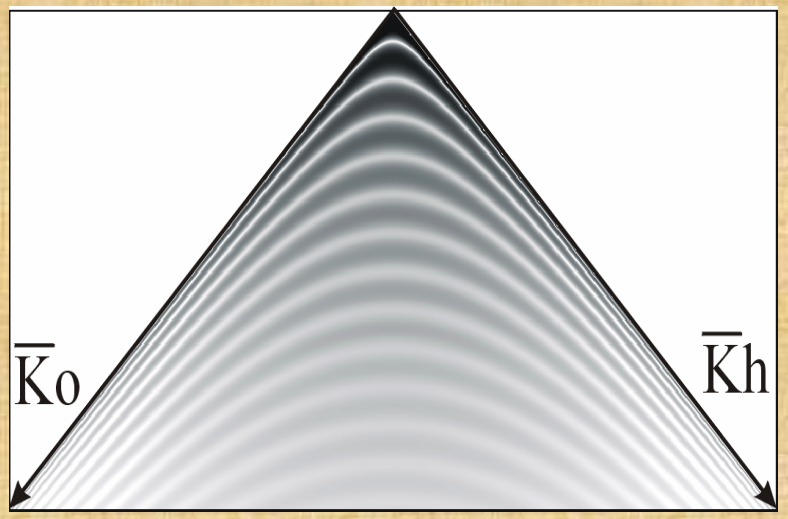
Схема однокристальной секционной топографии на прохождение

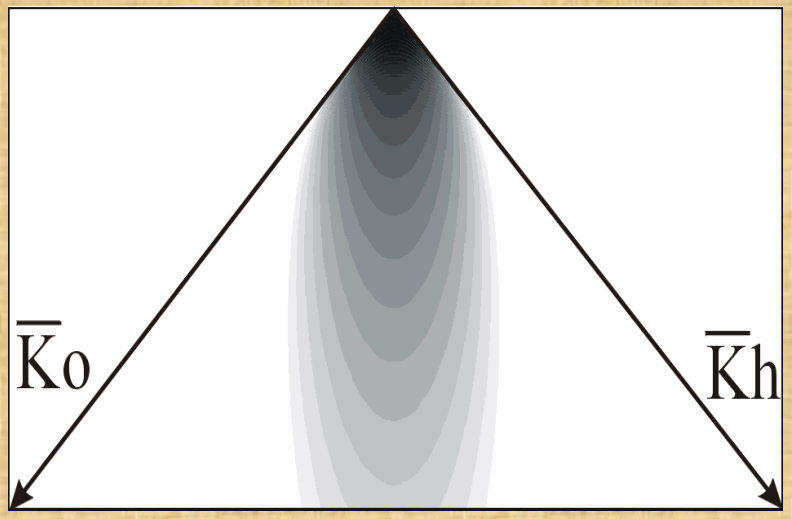
d – проекция дислокационной линии на плоскость рассеяния;
D – точка пересечение дислокации с плоскостью рассеяния;
i_1 – прямое изображение; i_2 – динамическое изображение; i_3 - промежуточное изображение.
Секционная топограмма: кристалл неподвижен;
проекционная топограмма: кристалл и топографическая пластина совершают возвратно-поступательное перемещение.



A.Authier Dinamical Theory of X-Ray Diffraction, Oxford Science Publications 2001

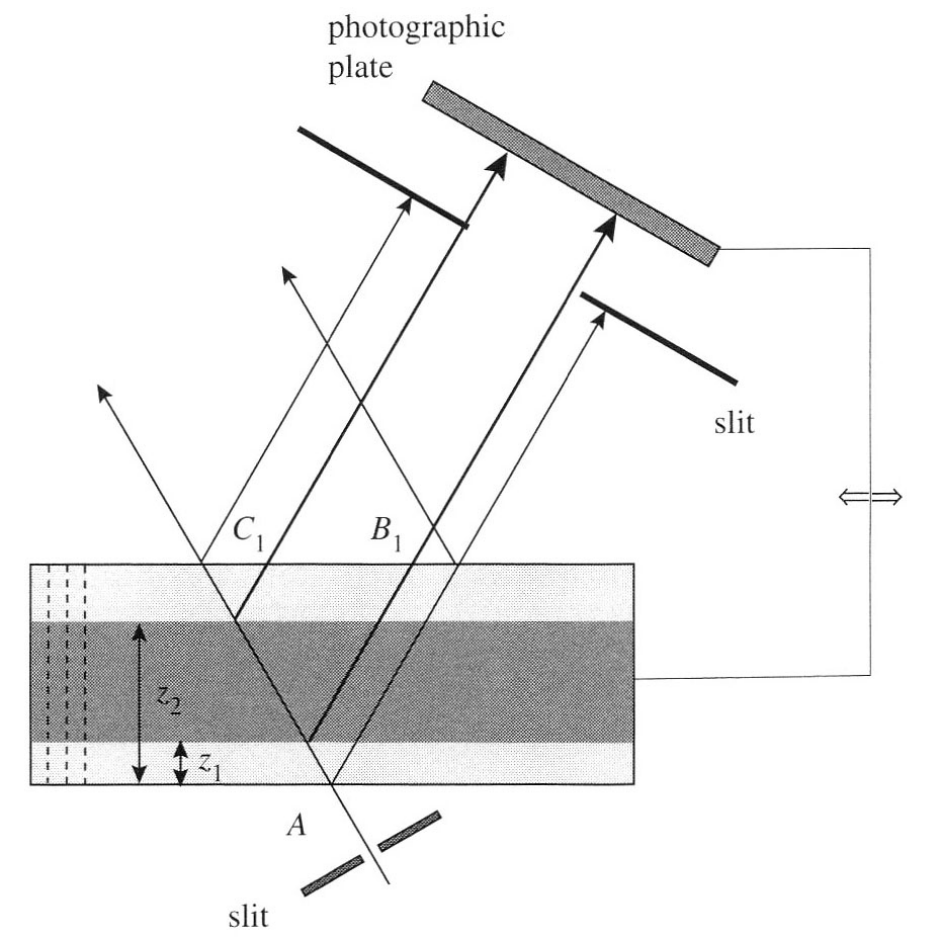
Дифракция в идеальном кристалле





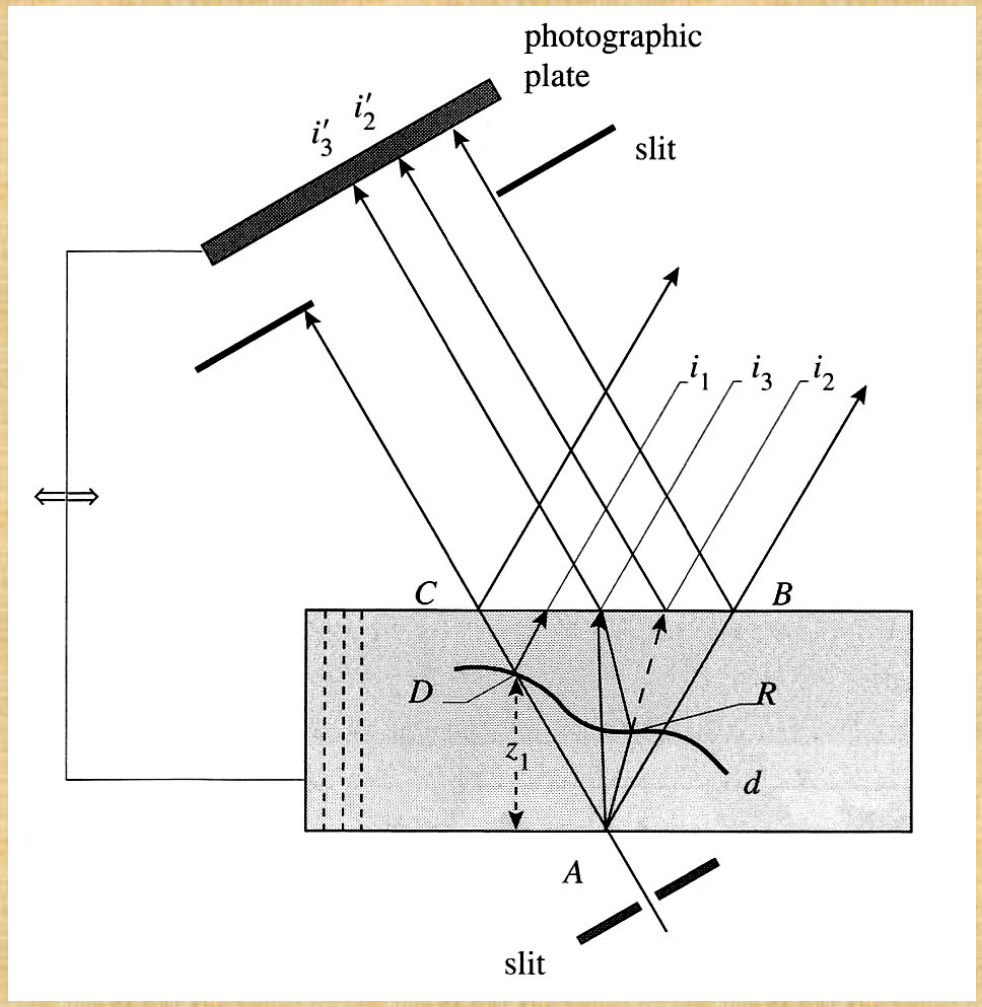
- $I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2[(\pi t/\tau_R)(1+i\delta)(1-\sigma^2)^{1/2}]$
  Здесь $\tau_R = \lambda\cos\theta/C|\chi_{hr}|$ - действительная часть экстинкционной глубины, $C = |\cos 2\theta|$ – поляризационный множитель, $\delta = \chi_{hi}/\chi_{hr}$, χ_{hi} и χ_{hr} – мнимая и действительная часть ***h***-коэффициента Фурье - разложения поляризуемости кристалла, τ - экстинкционная глубина. Безразмерный параметр $\sigma = x/t\,\mathrm{tg}\,\theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1.
- $P = \mu\, t/\cos\theta$, где μ – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения
- если P>10 $\mu+\mu h$, μ_h - интерференционный коэффициент поглощения $\mu_h = \mu\, KC\varepsilon\,(1-\sigma^2)^{1/2}$, $\varepsilon = \chi_{hi}/\chi_{oi}$

Схема ограниченной проекционной топографии

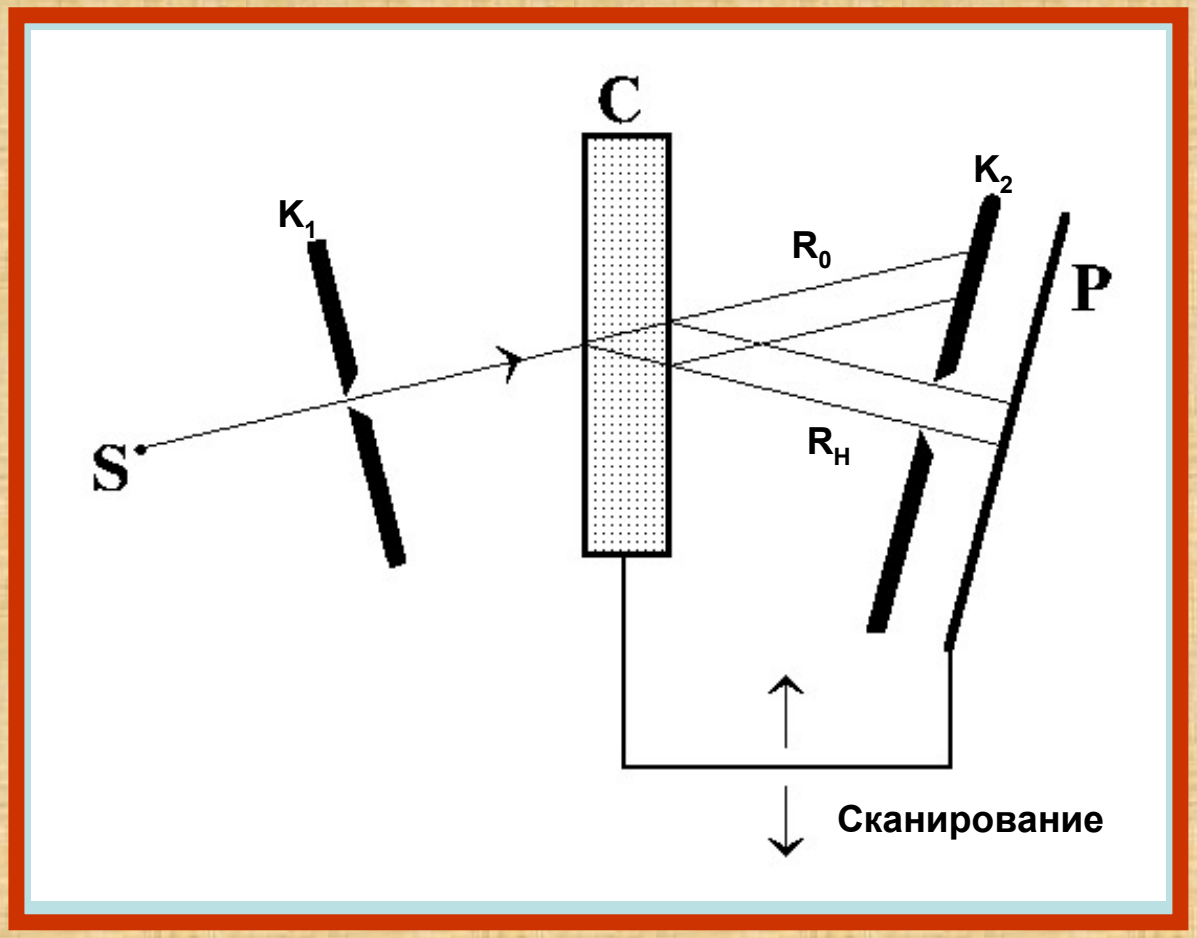


Lang A.R. Brit.Appl.Phys., (1963),14,p.904

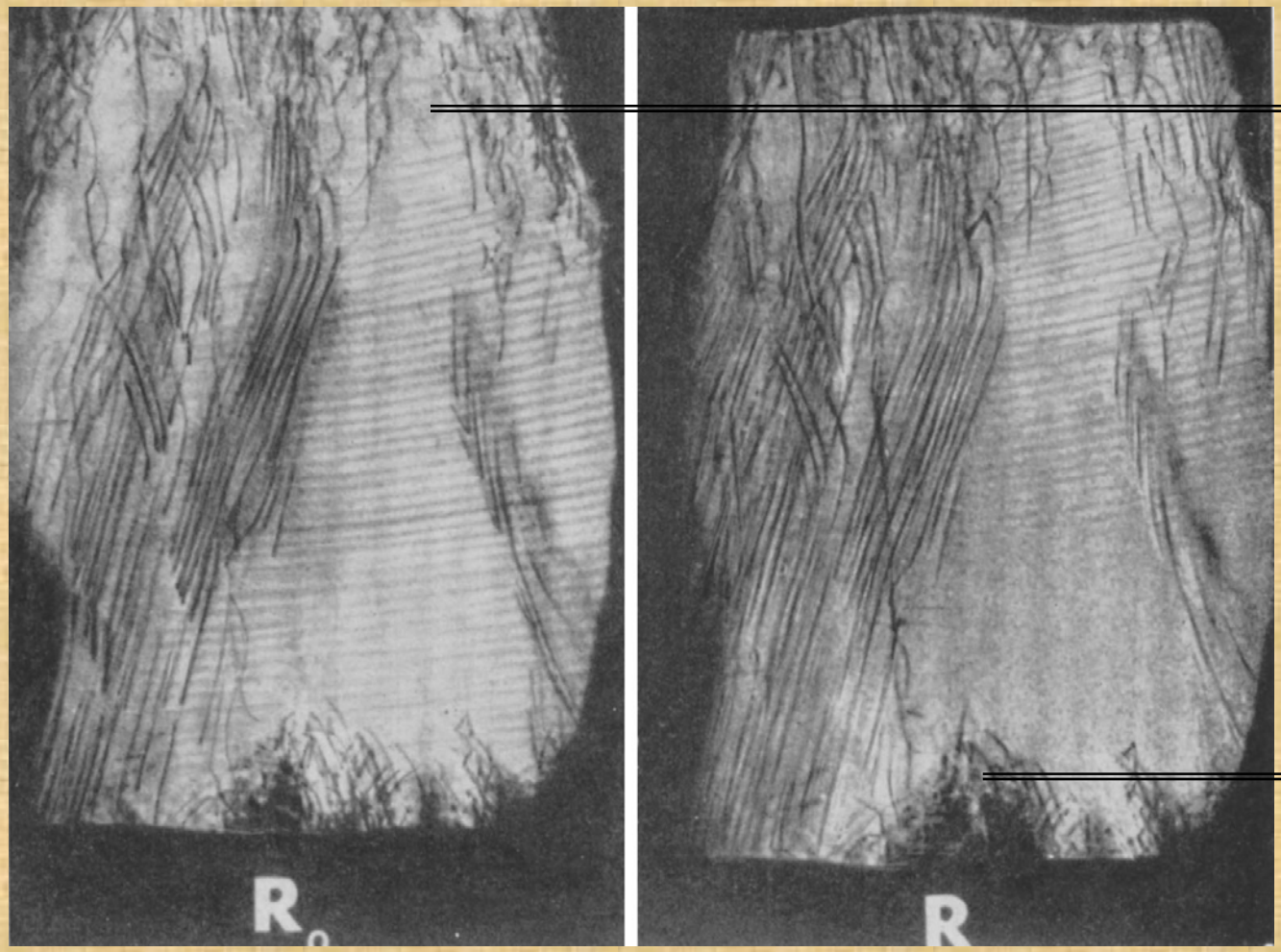
Схема топографии в проходящем пучке

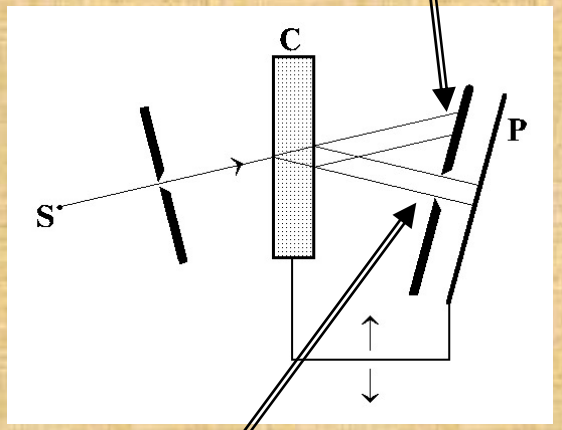


Lang A.R. Brit.Appl.Phys., (1963),14,p.904


C
K1
K2
R0
P
S
RH
Сканирование

Топограммы монокристалла германия в прямом и дифрагированном пучках

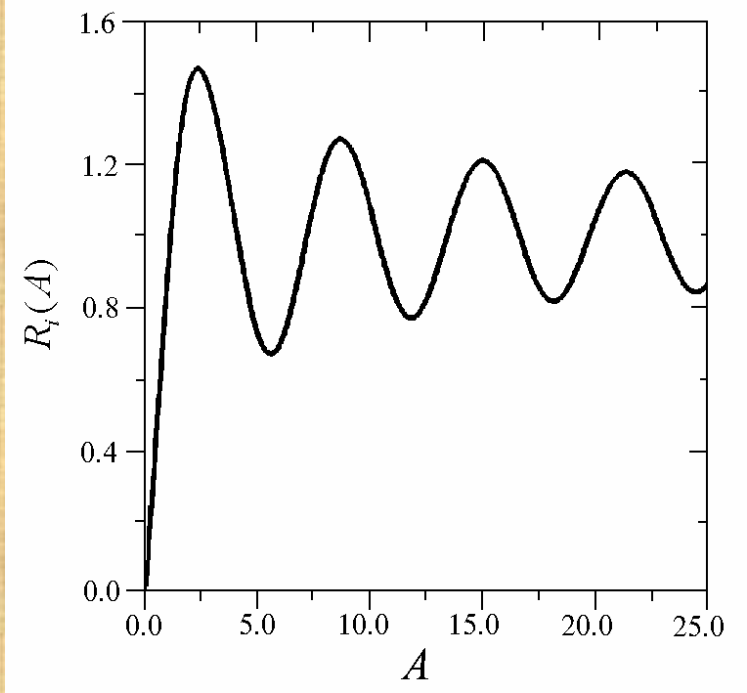


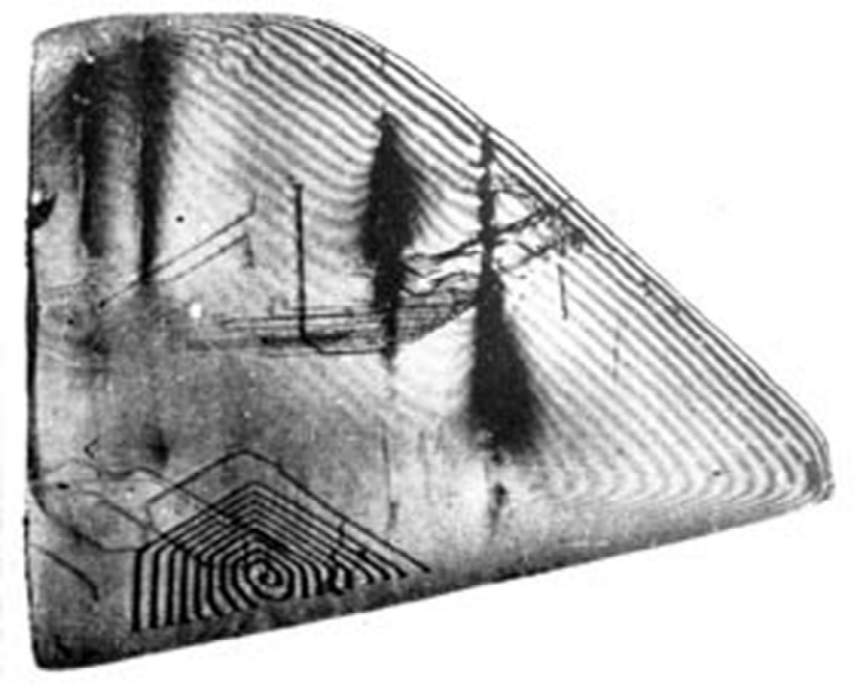


Пластинка монкристалла германия с поверхностью (112) вырезана из слитка выращенного вдоль оси [111] (напрввлена вертикально), отражение (220).

Schwuttke G.H. Journ. Appl.Phys. (1962) 33, p.2760

Толщинная зависимость интесивности дифрагированного пучка

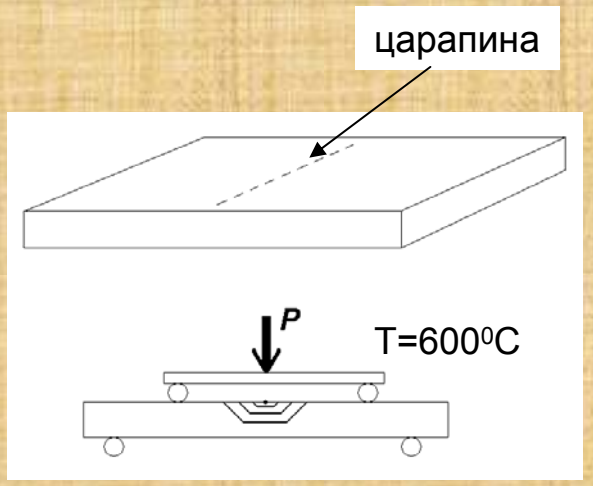




$$A = \frac{\pi t}{\Lambda} \qquad \Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c \cdot \sqrt{\chi_H \cdot \chi_{\bar{H}}}}$$

Authier A., Lang A.R. J.Appl.Phys. (1964), 35, 1956-1959

Топограмма монокристалла кремния с введенными при пластическом изгибе дислокационными полупетлями



E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom, Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast Phys.Stat.Sol.26,1,385-395,1974

Проекционная топограмма кристалла кремния

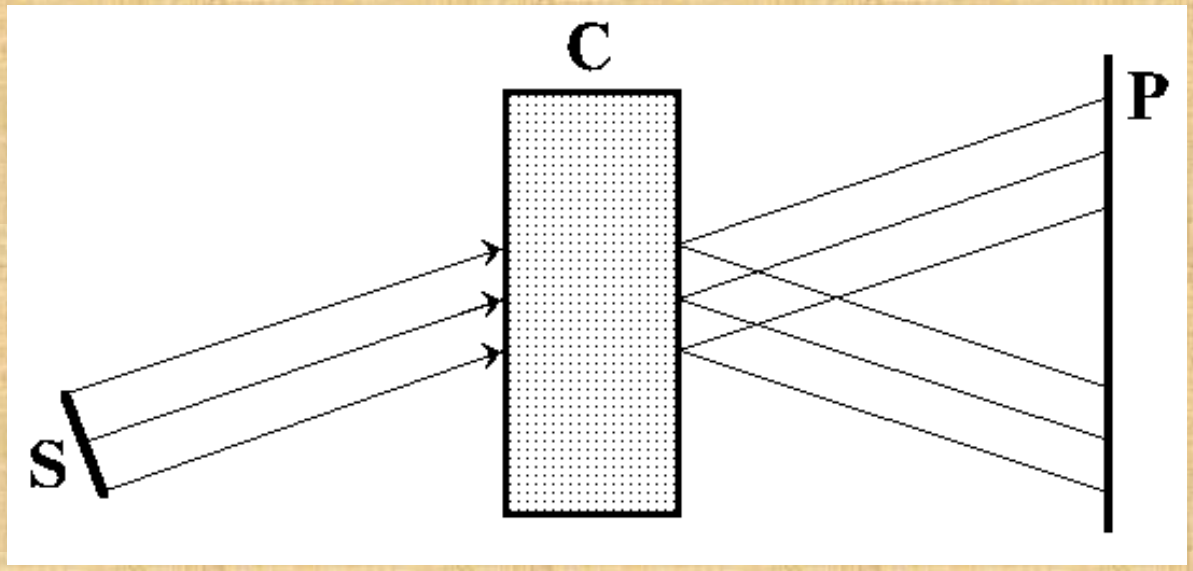
Кристаллическая поверхность (111); отражение (220); излучение MoKα; толщина кристалла 800 мкм (μt ≈ 1.1).

Epelboin Y., Authier A. Acta Cryst. (1983) A,39,767

Схема топографии по методу Бормана

$$\mu t \gg 1$$

$$\mu_{1,2} \approx \frac{\mu}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_{hi}}{\chi_{0i}} \cdot \cos\varphi\right)$$



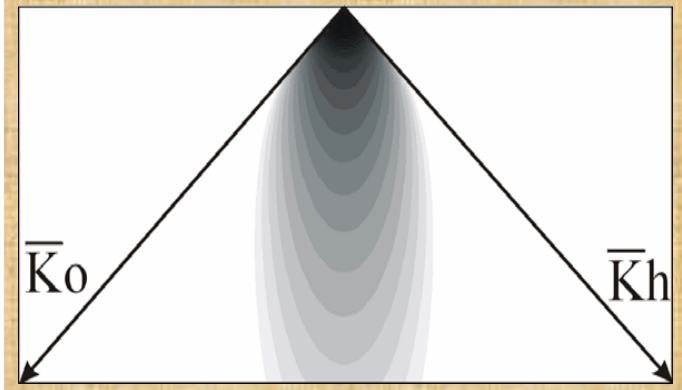
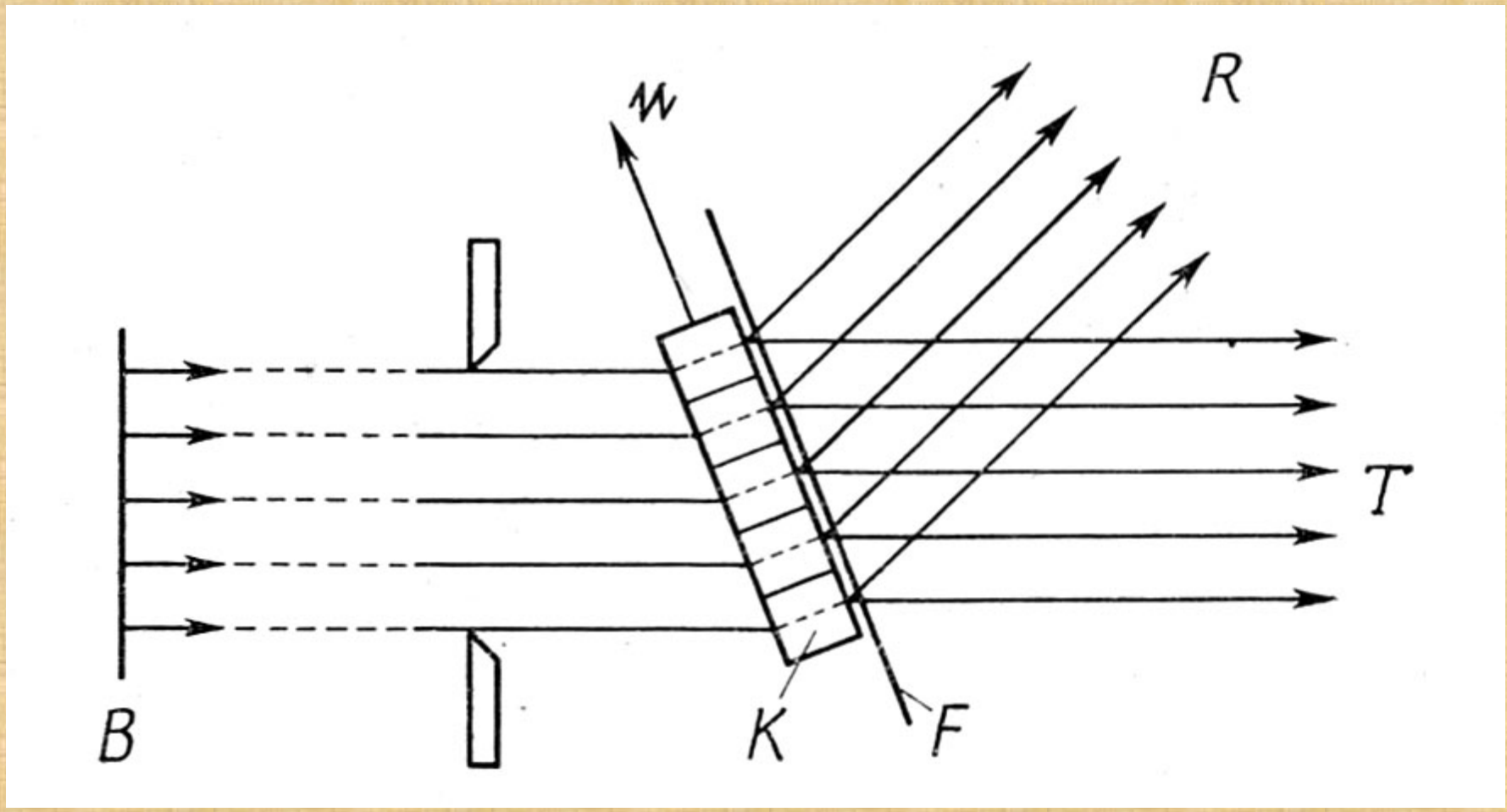


Схема Борматовской топографии со сканированием



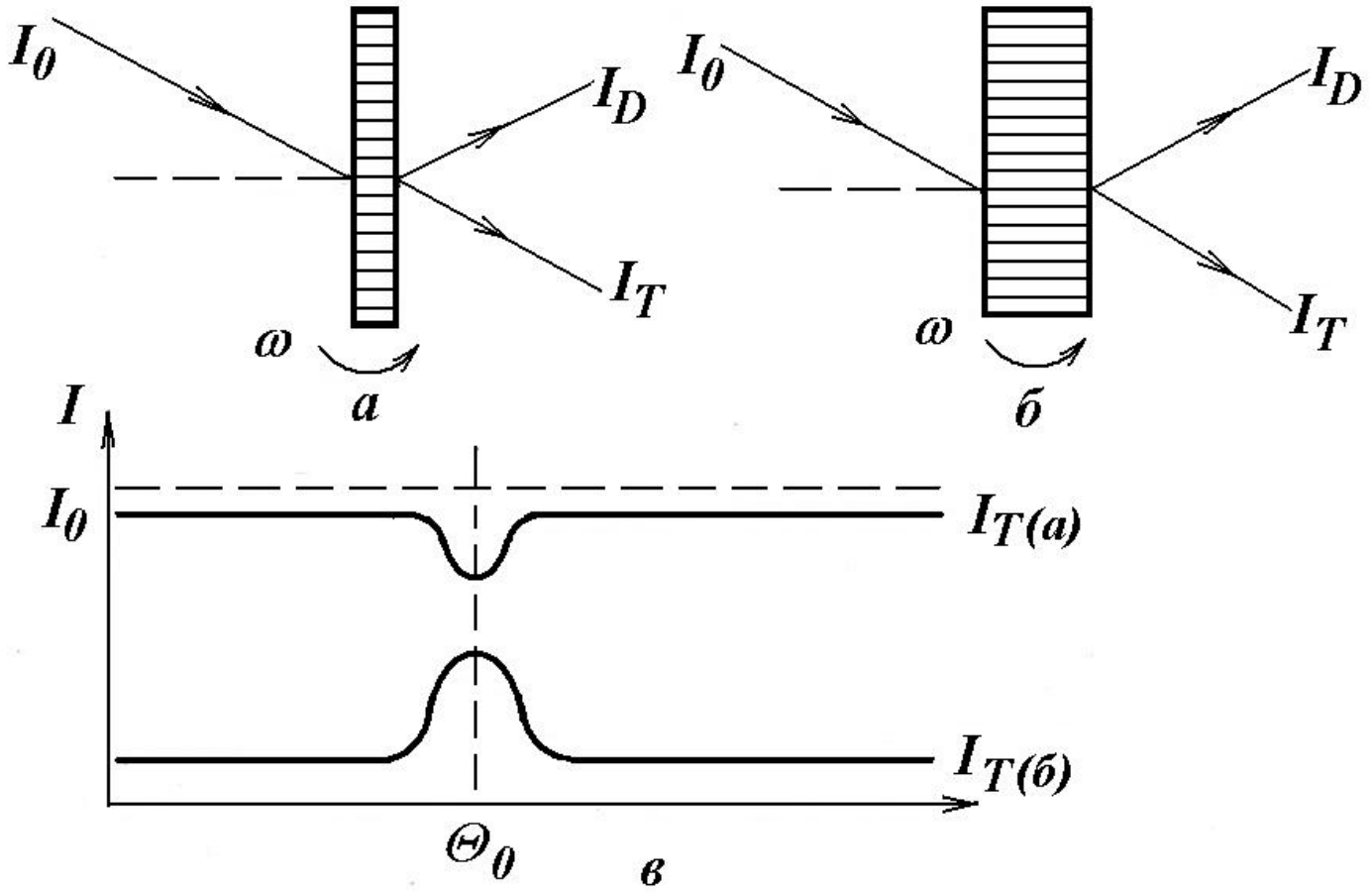
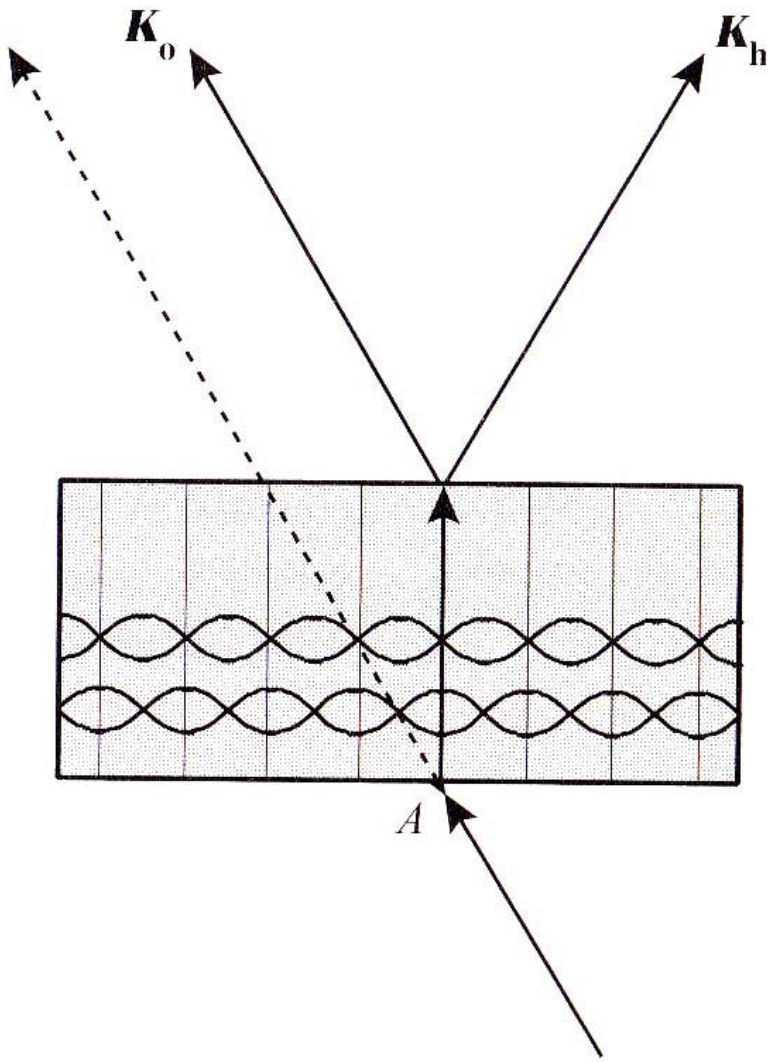


Иллюстрация метода аномального прохождения

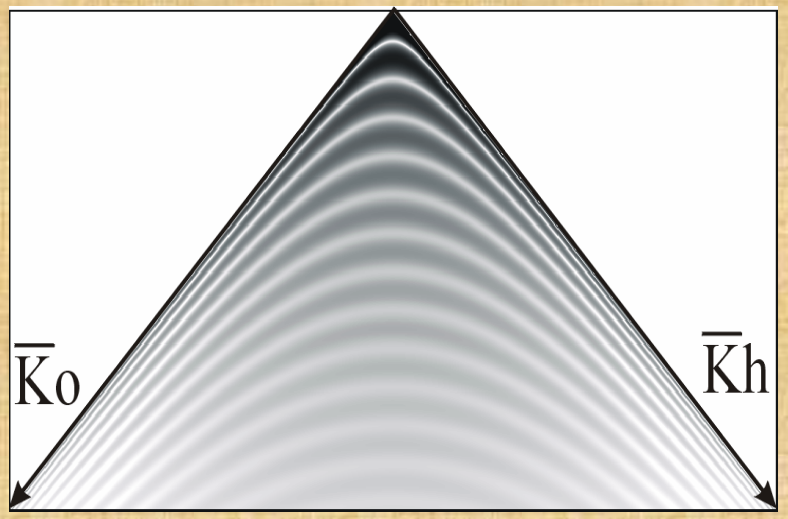
Batterman B., Cole H., Rev. Modern. Phys. 1964, v.30, p.681

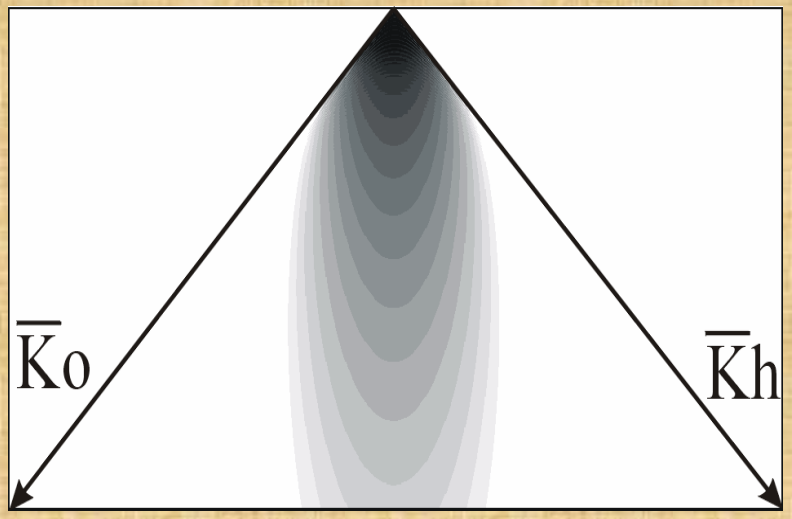
Физическая интерпретация эффекта Бормана



$$\mu_{1,2} \approx \frac{\mu}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_{hi}}{\chi_{0i}} \cdot \cos\varphi\right)$$

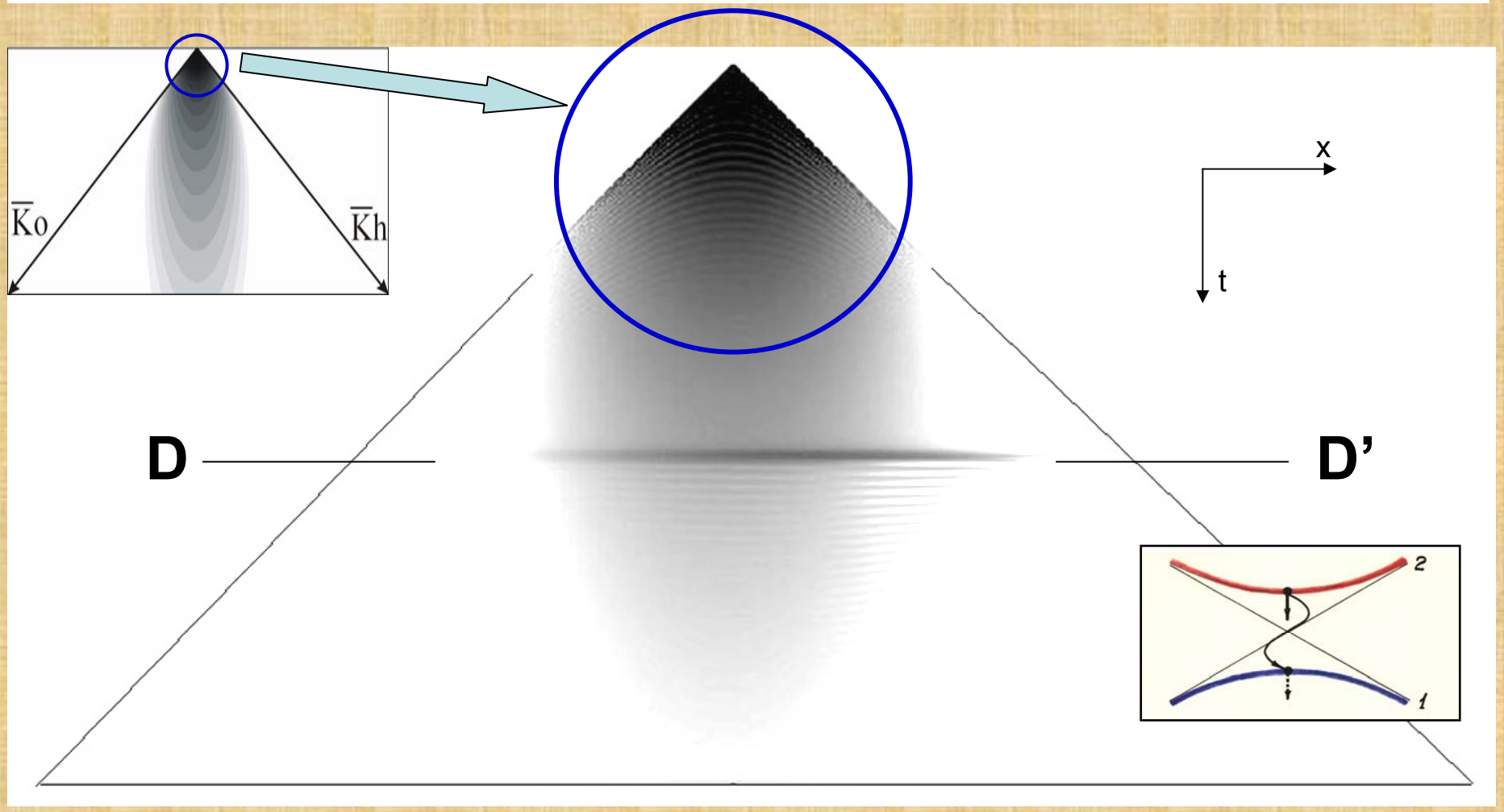
Дифракция в идеальном кристалле





- $I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2[(\pi t/\tau_R)(1+i\delta)(1-\sigma^2)^{1/2}]$
  Здесь $\tau_R = \lambda\cos\theta/C|\chi_{hr}|$ - действительная часть экстинкционной глубины, $C = |\cos 2\theta|$ – поляризационный множитель, $\delta = \chi_{hi}/\chi_{hr}$, χ_{hi} и χ_{hr} – мнимая и действительная часть ***h***-коэффициента Фурье - разложения поляризуемости кристалла, τ - экстинкционная глубина. Безразмерный параметр $\sigma = x/t\,\mathrm{tg}\,\theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1.
- $P = \mu\, t/\cos\theta$, где μ – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения
- если P>10 $\mu+\mu h$, μ_h - интерференционный коэффициент поглощения $\mu_h = \mu\, KC\varepsilon\,(1-\sigma^2)^{1/2}$, $\varepsilon = \chi_{hi}/\chi_{oi}$

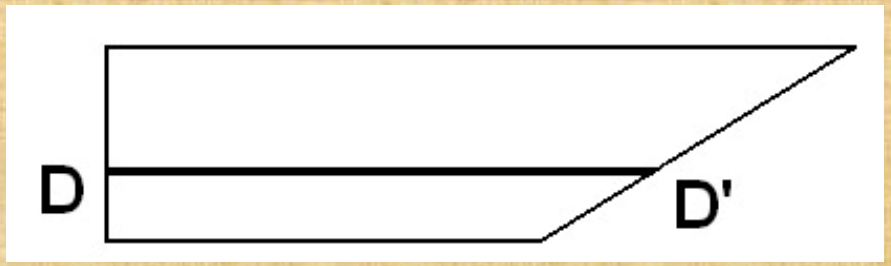
Численное моделирование волнового поля в толстом кристалле в плоскости рассеяния

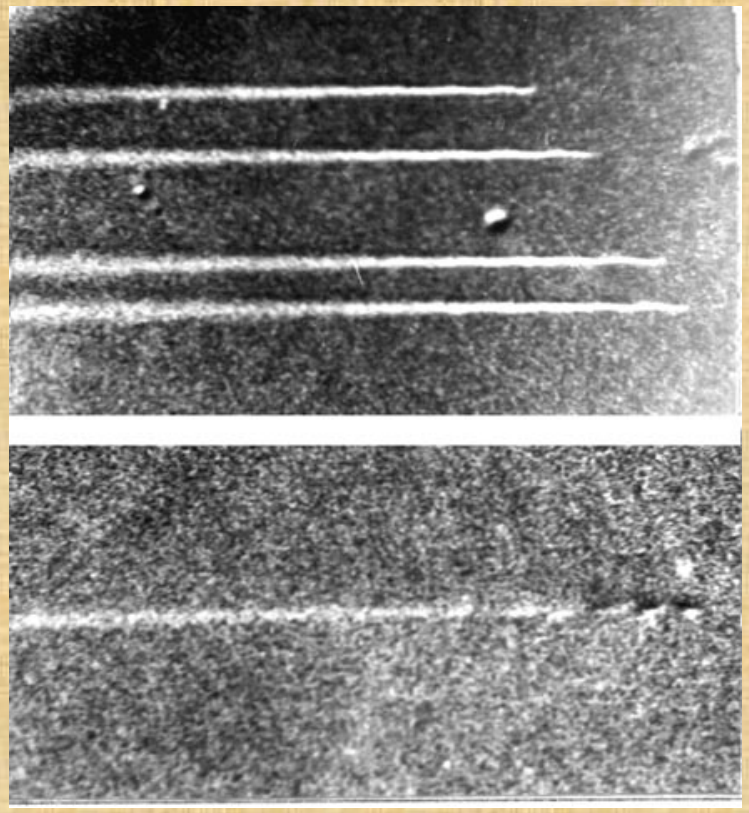


DD’- ось дислокации

Рентгеновские топограммы монокристалла кремния с прямолинейными дислокациями, введенными при пластическом изгибе.

Кристалл имеет клиновидную форму,
поэтому на концах дислокаций, выходящих на поверхность, наблюдаются биения.
Излучение CuKa, отражение (220), толщина кристалла в толстой его части 3 мм.





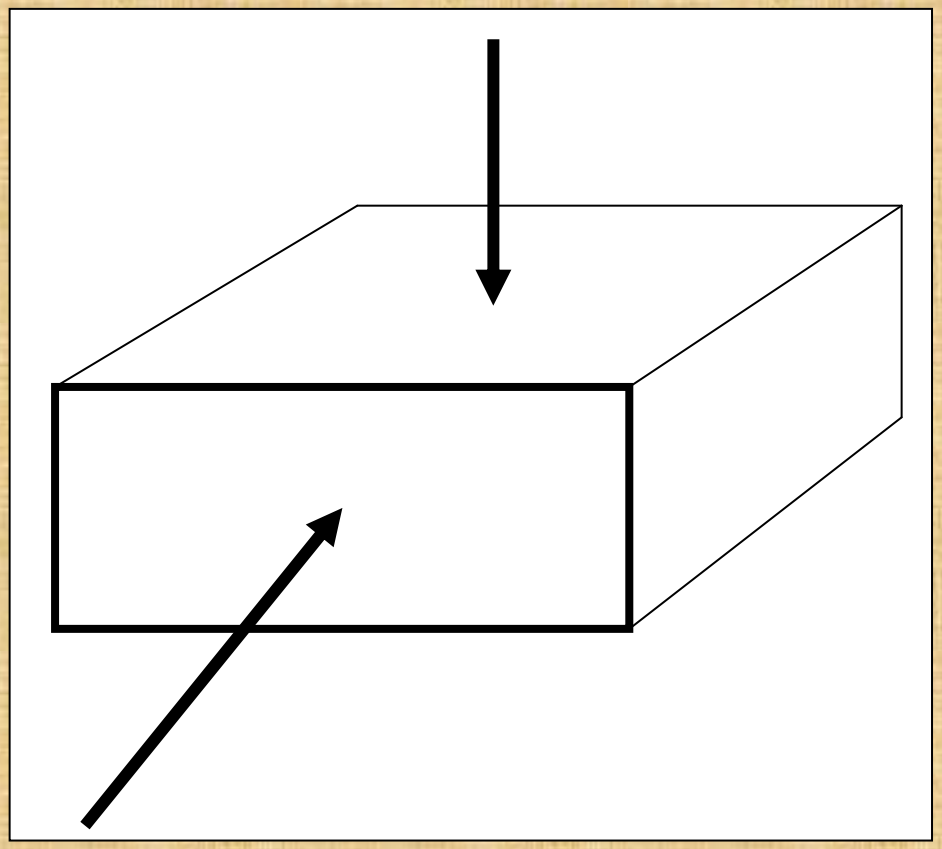
В.Л.Инденбом, В.М.Каганер, ЭВ.Суворов В.Мелинг Phys.Stat.Sol. (a)83, 1, 1984, p.195-205

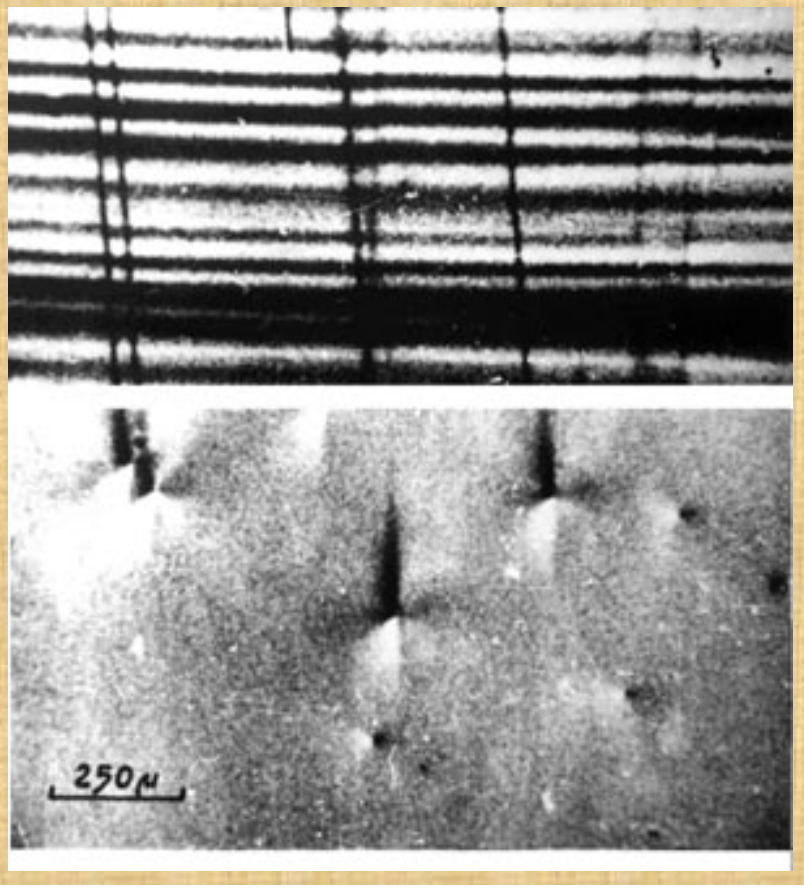
Примеры топограмм для тонкого и толстого кристалла

$\mu t < 1$

$\mu t \gg 1$

Стереотопограммы кристалла кремния, снятые по методике Бормана

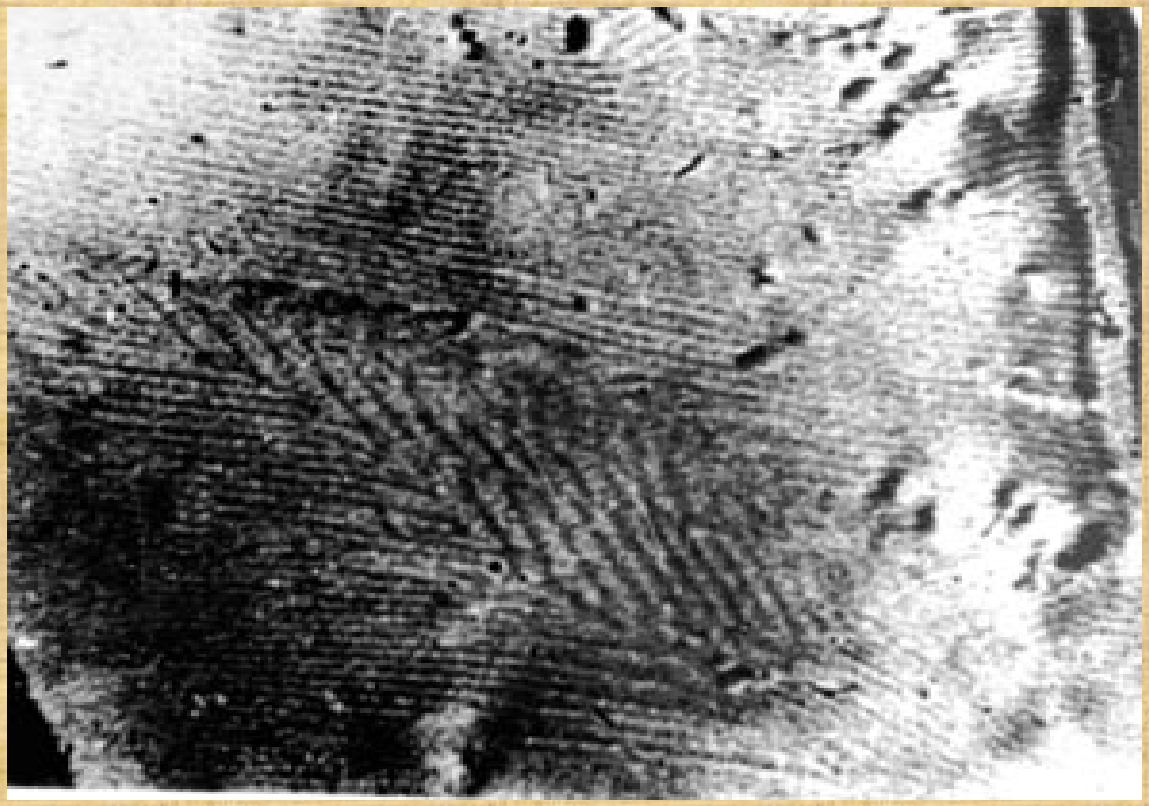




Кристалл имеет форму прямоугольной призмы, трансмиссионные топограммы получены с двух его граней под прямым углом. Топограммы позволяют получить полную реконструкцию объема образца (из работы В.И.Никитенко, Л.Н. Данильчука).

Изображение магнитных доменов (метод Ланга) монокристалла железо-итриевого граната

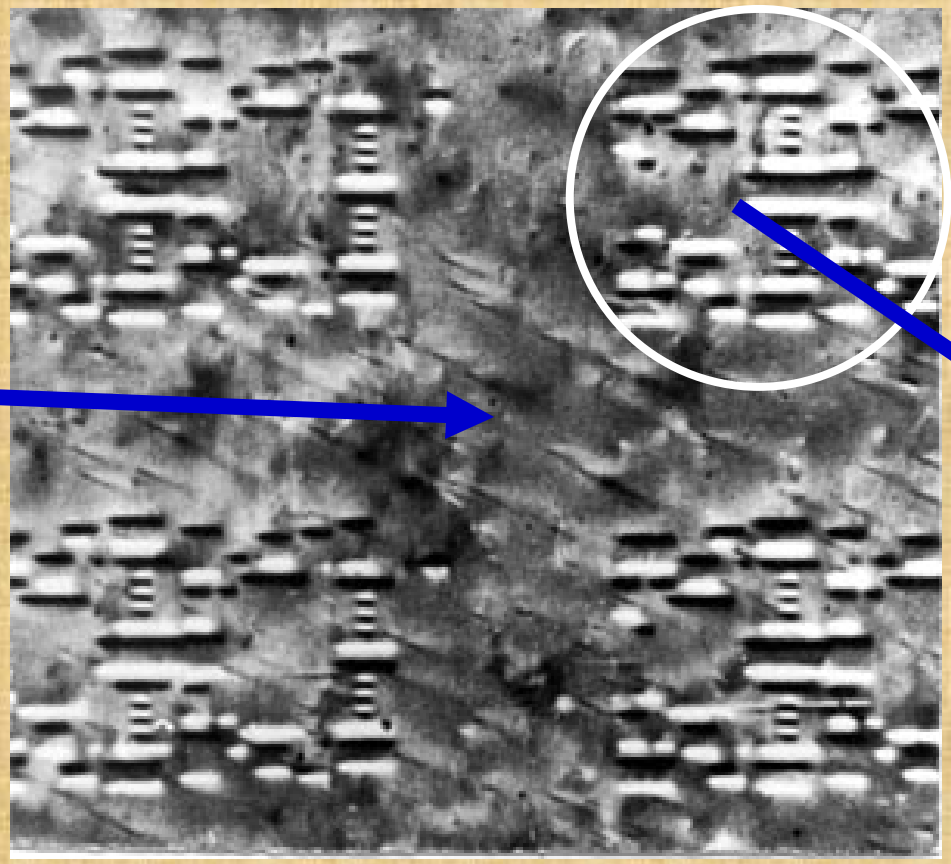
Излучение AgKα, отражение (800), толщина кристалла 180 мкм



С.Ш.Генделев, Л.М.Дедух, В.И.Никитенко, В.И.Половинкина, Э.В.Суворов, Связь доменной структуры монокристаллов ИЖГ с несовершенствами их строения, Известия АН СССР,35,серия физическая,6,1210-1215,1971

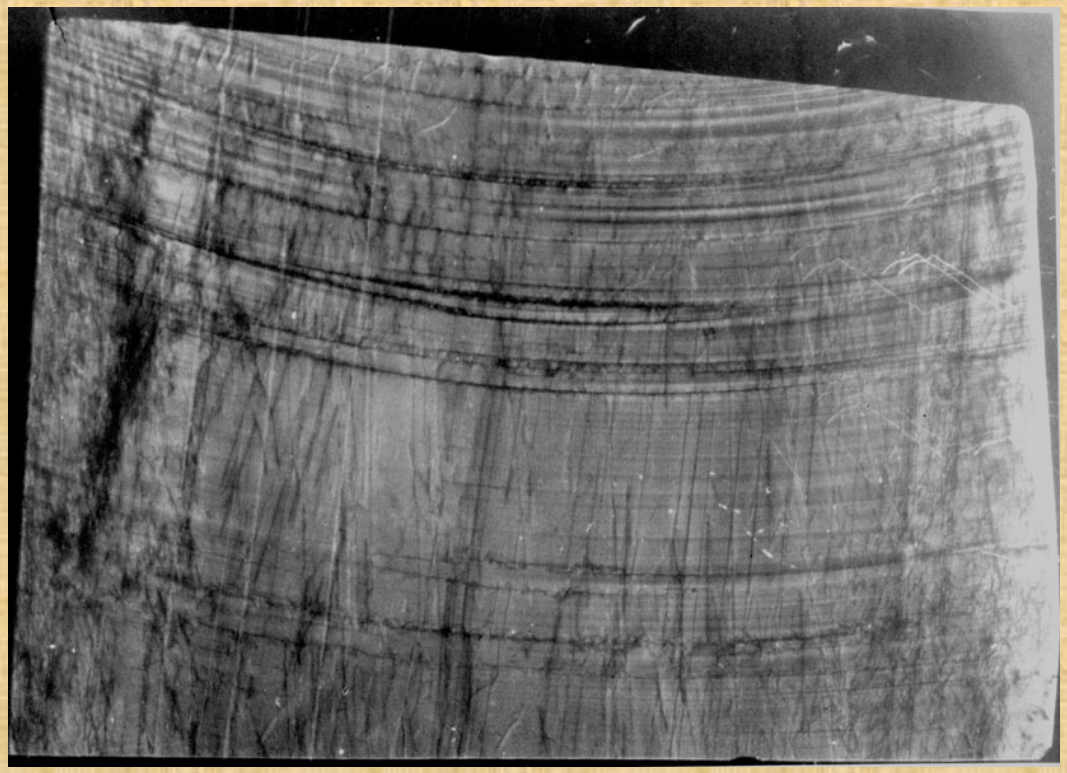
Топограмма монокристалла кремния с фрагментом литографии интегральной схемы.

На фотографии наряду с элементами топологии схемы видны дислокационные линии, пересекающие топограмму по диагонали



Топограмма монокристалла сплава Ge+1%Si

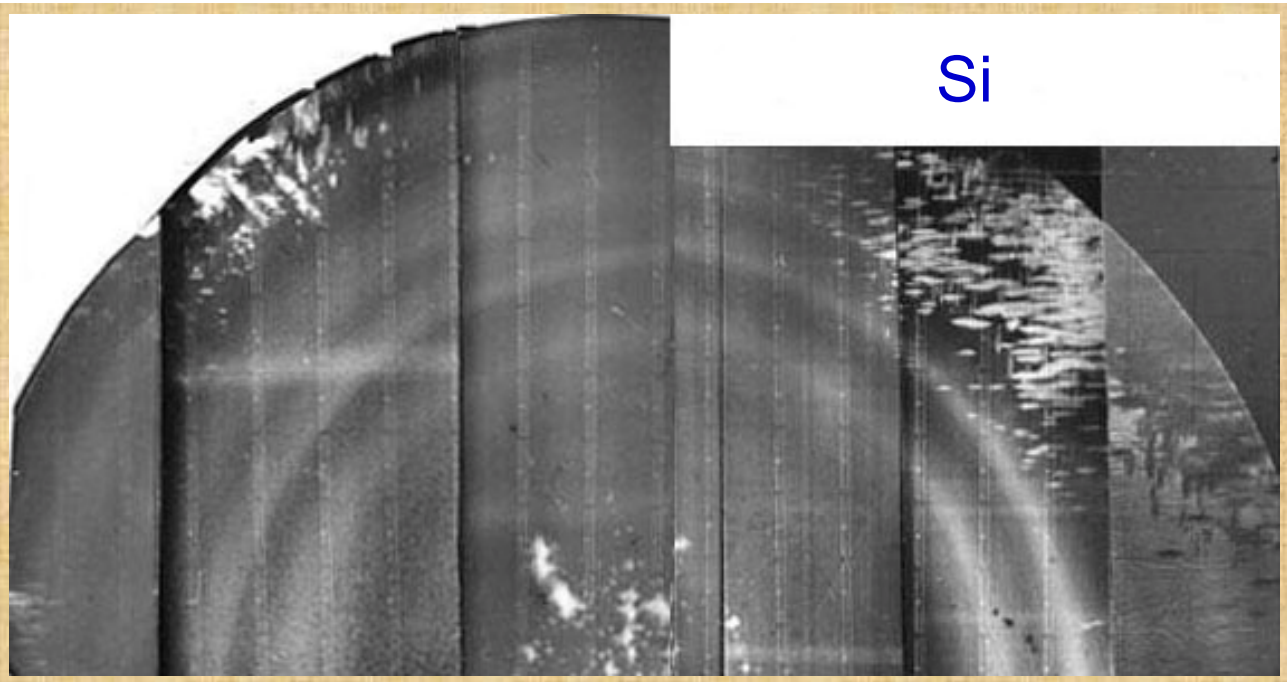
Метод аномального прохождения рентгеновских лучей.
Видны полосы роста и дислокации, генерировавшие на них из-за частичной релаксации напряжений.
Излучение CuKα, отражение (220).



Из работы И.Л.Шульпиной

Монтаж фрагментов рентгеновских топограмм монокристалла кремния

Диаметр пластин 76 мм, отражение (001), излучение CuKα, кристалл подготовлен для изготовления фотодиодов.

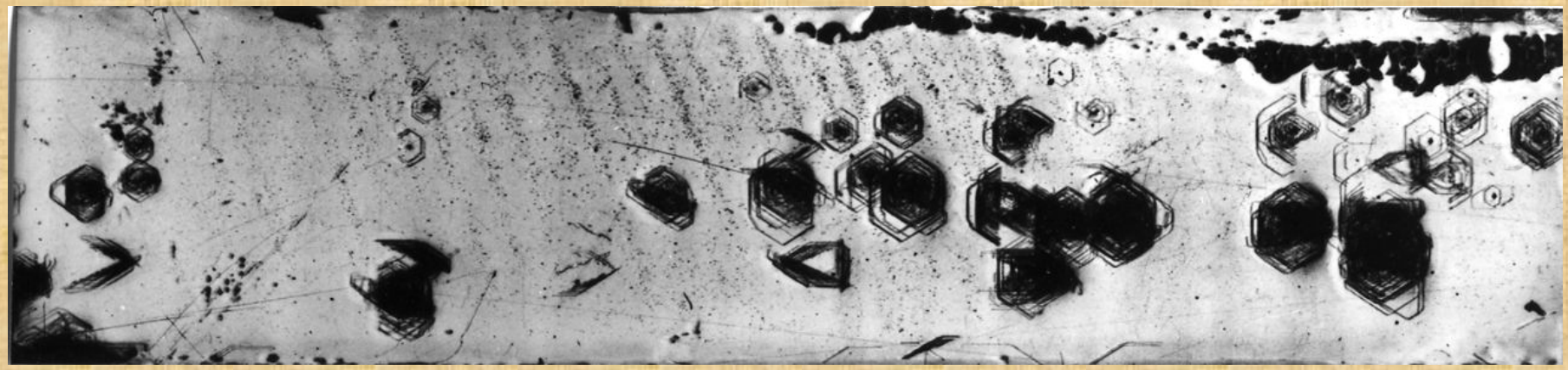


Монтаж топограмм, полученных по методу ограниченных проекций с наложением на него карты фотодиодов. Видны полосы роста в проекции на плоскость 111 и крупные скопления дислокационнх петель. На карте показаны размеры фотодиодов. На нее можно наложить карту параметров и увидеть, как дефекты влияют на параметры приборов. Метод огрпроекций применен потому, что на нерабочей поверхности полупластины кремния был нанесен геттер, который не позволял снять образец обычно.

Из работы И.Л.Шульпиной

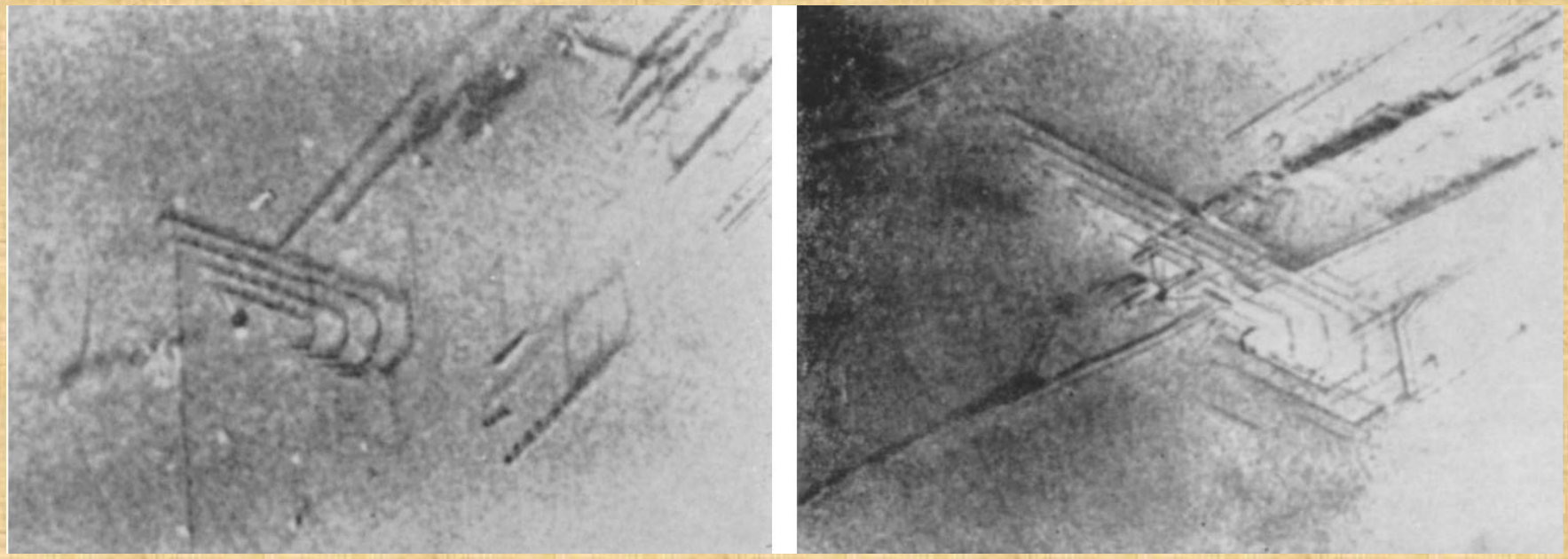
Трансмиссионная топограмма монокристалла кремния подвергнутого одноосному сжатию полученная методом Ланга

В результате одноосного сжатия кристалла кремния при температуре 700 С генерируются дислокационные петли,. В процессе сжатия произошло декорирование дефектов медью (из печки).



Из работы И.Л.Шульпиной

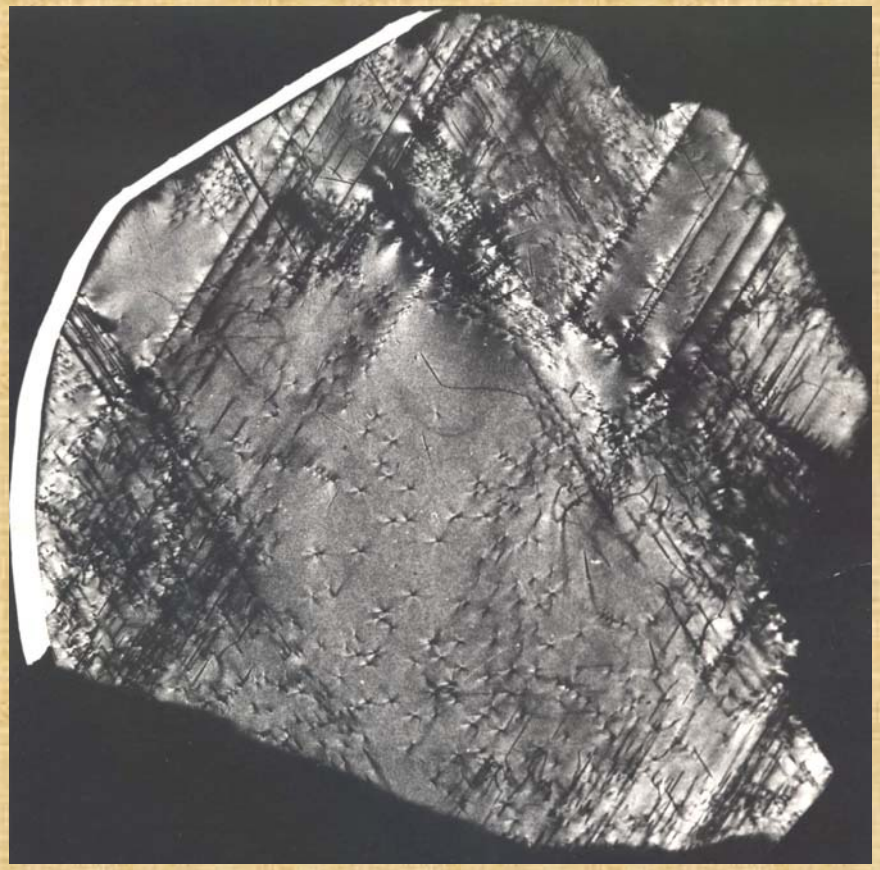
Зарождение дислокаций от источника (концентратора напряжений) на поверхности образца в процессе деформации образца

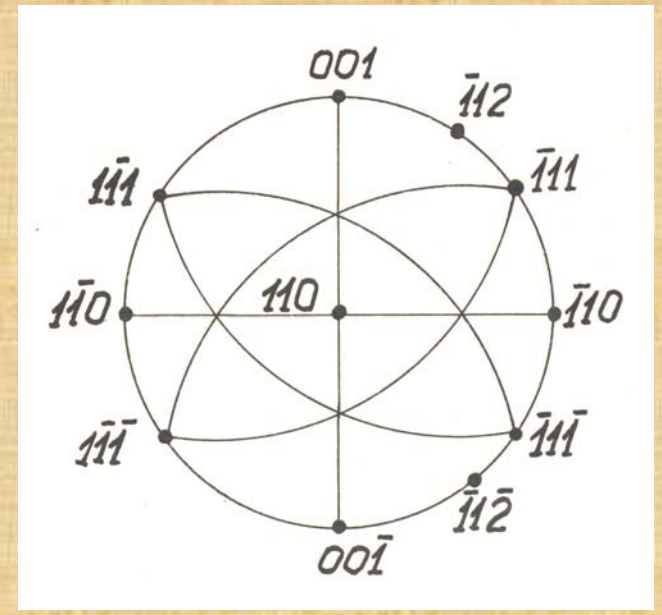


Gerold V., Meier F. Direct Observation of Imperfections in Crystals, New York, (1962),p.509

Фрагмент рентгеновской топограммы монокристалла кремния с ростовыми дефектами

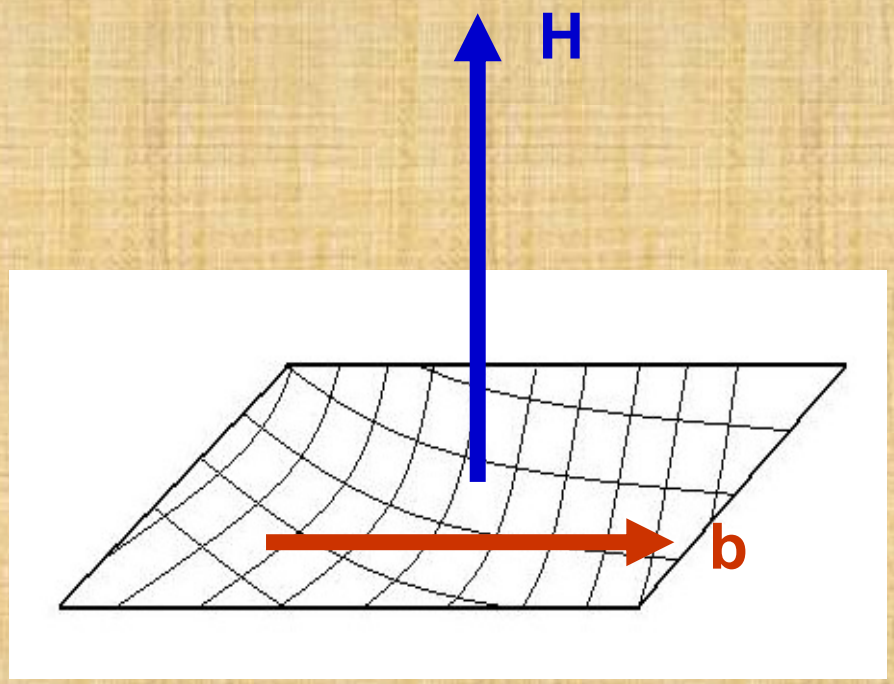
Диаметр пластины 15 мм, толщина 2 мм,
поверхность кристалла [110], отражение $(\bar{2}\,2\,0)$.
На топограмме хорошо видны дислокации, дефекты упаковки, полосы скольжения





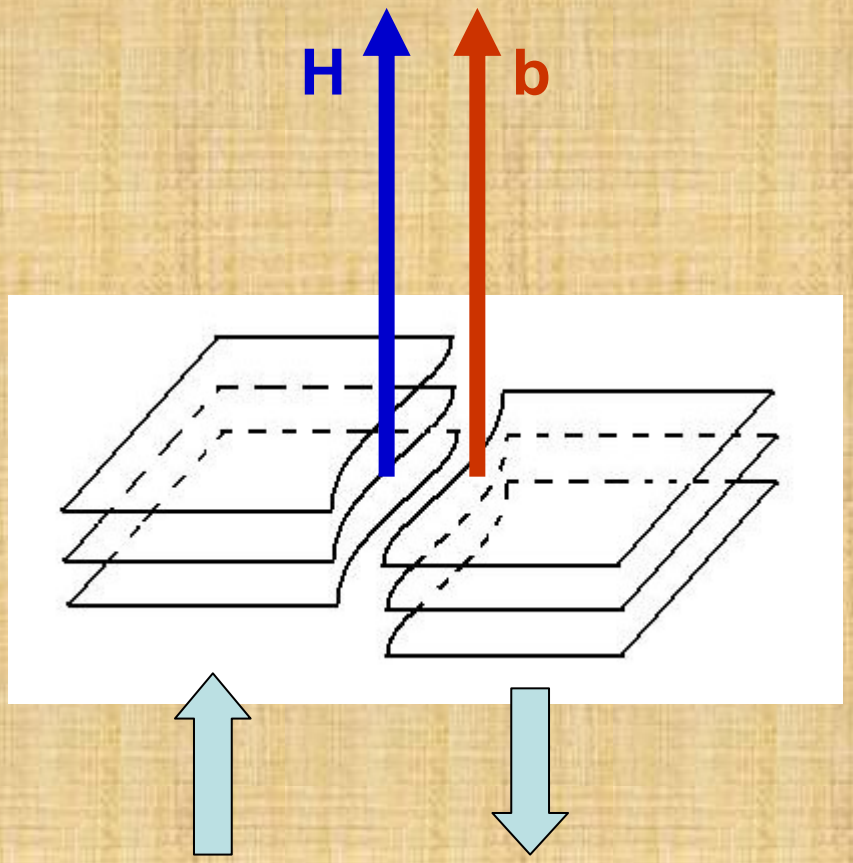
Э.В.Суворов Электронная промышленность, 6, 1979, с. 49-55

Общее правило рентгеновской топографии



$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 0$$

Изображение дефекта погашено
(контраст минимальный или отсутствует)

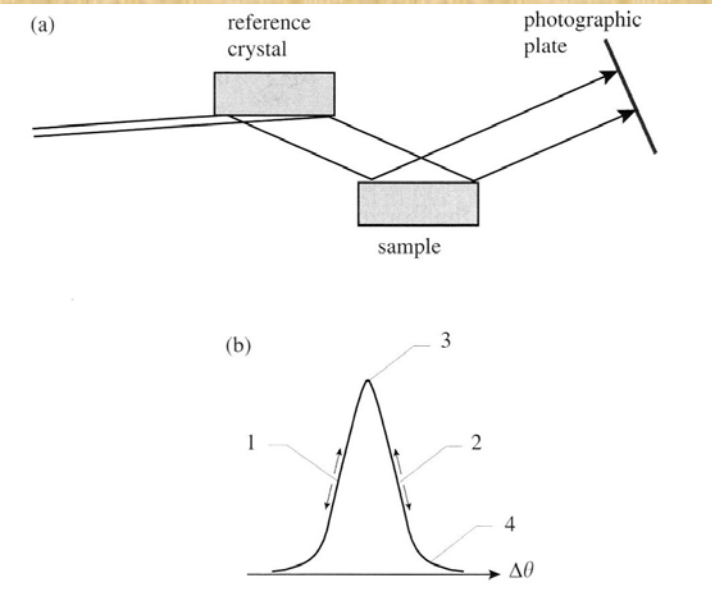


$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 1$$

Изображение дефекта наблюдается
(контраст максимальный)

Схема двукристальной топографии высокой чувствительности к малым напряжениям

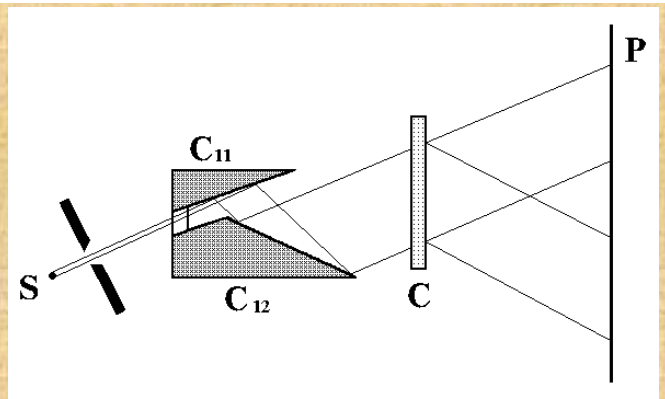
(а) Экспериментальная установка. (б) Кривая качания



Квазиплоская волна

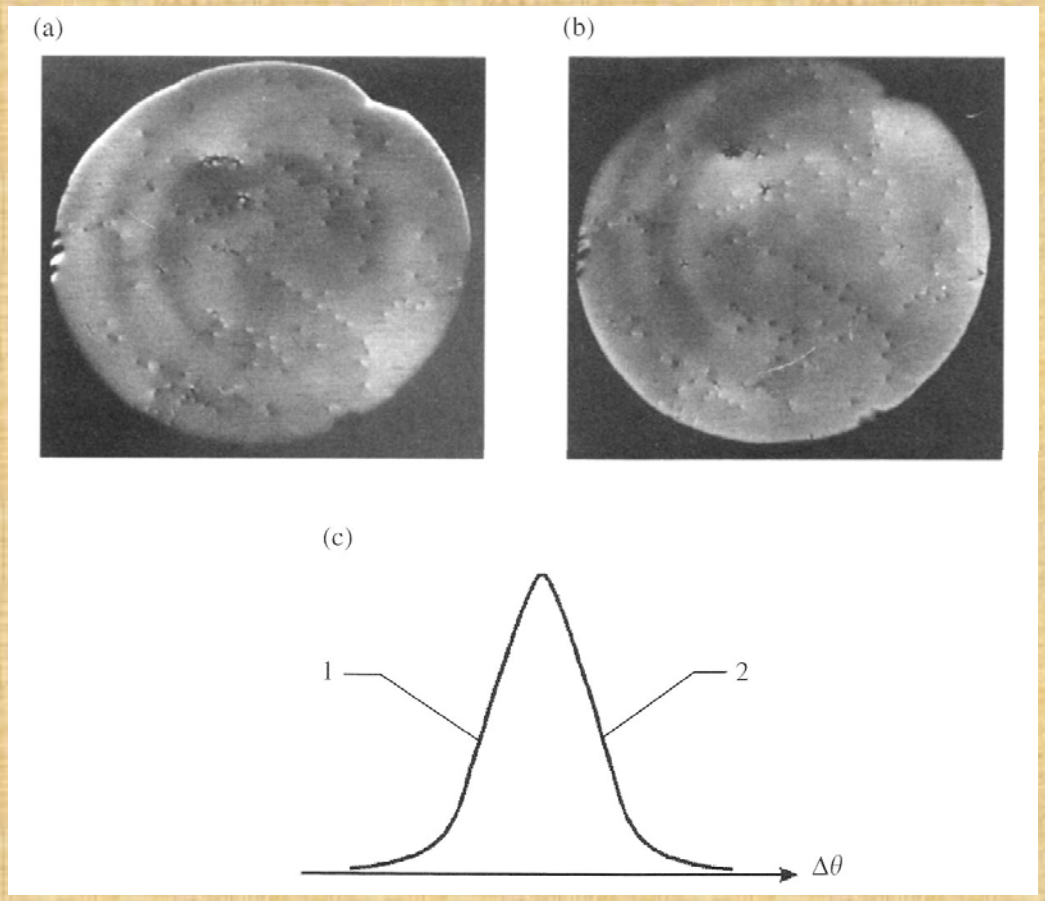
Bond W.L. Andrus J. Amer. Mineralogist (1952), 37, p.622
Bonse U., Rappler E. Z. Naturforsch (1958), 13a,p.348

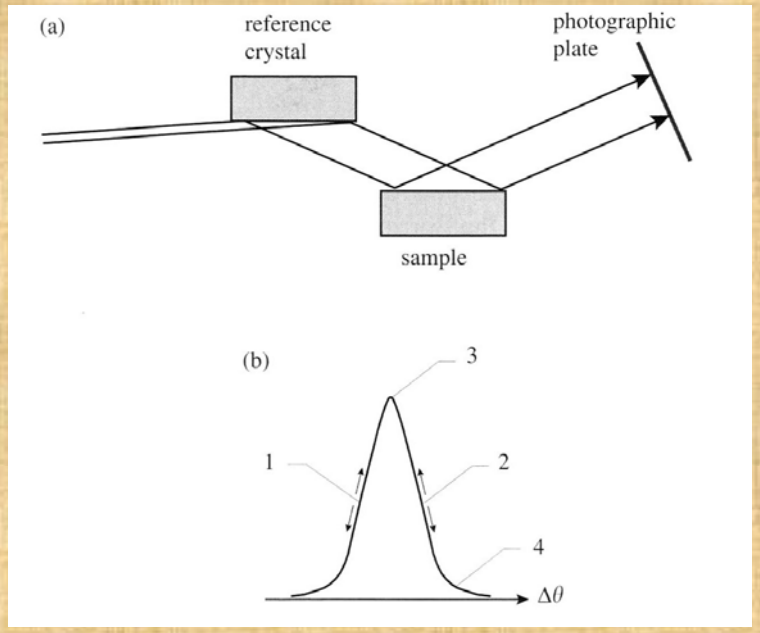
Схема получения ретгеновских плосковолновых топограмм



Двукристальные топограммы дислокаций в кристалле кремния

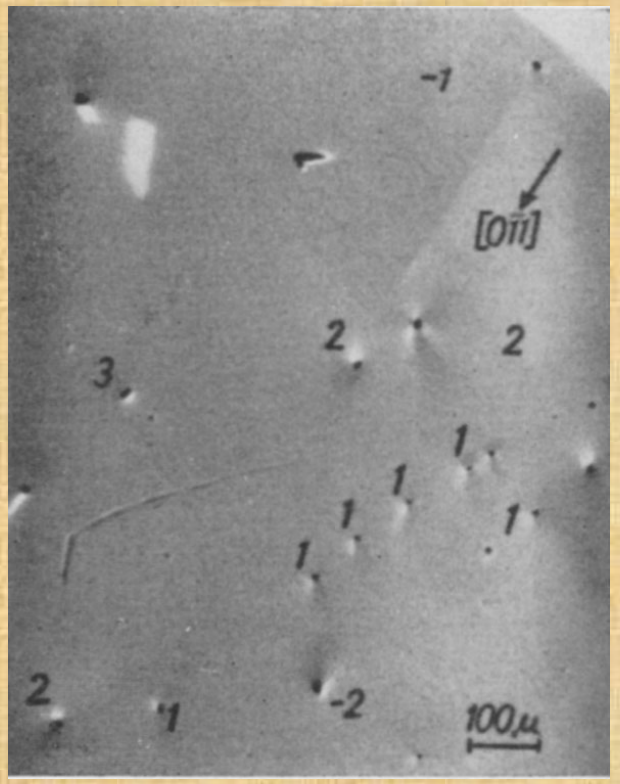
Попверхность кристалла (111), отражение $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, излучение CuKα. (а) и (б) топограммы получены при положениях рабочей точки в позициях 1 и 2 на кривой качания, соответственно. (с) Кривая качания.

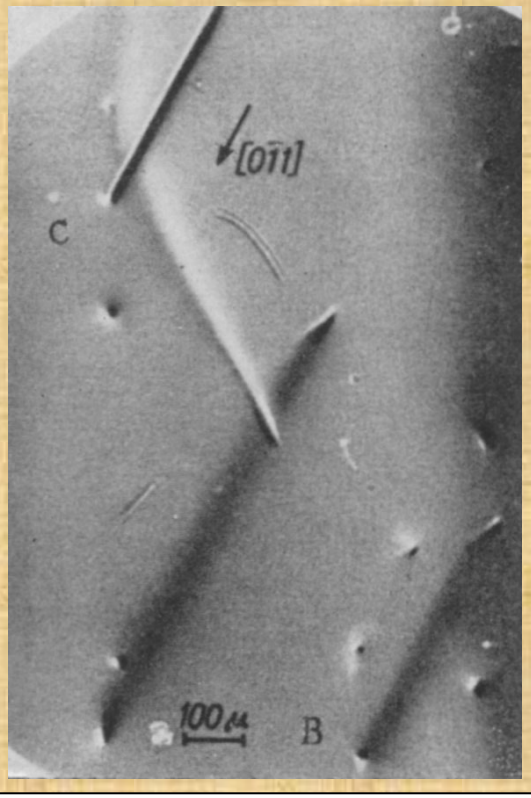




Renninger M. Z.Angewandte Phys., (1965), 19, 20-33

Примеры двухкристальных топограмм изображений дислокаций



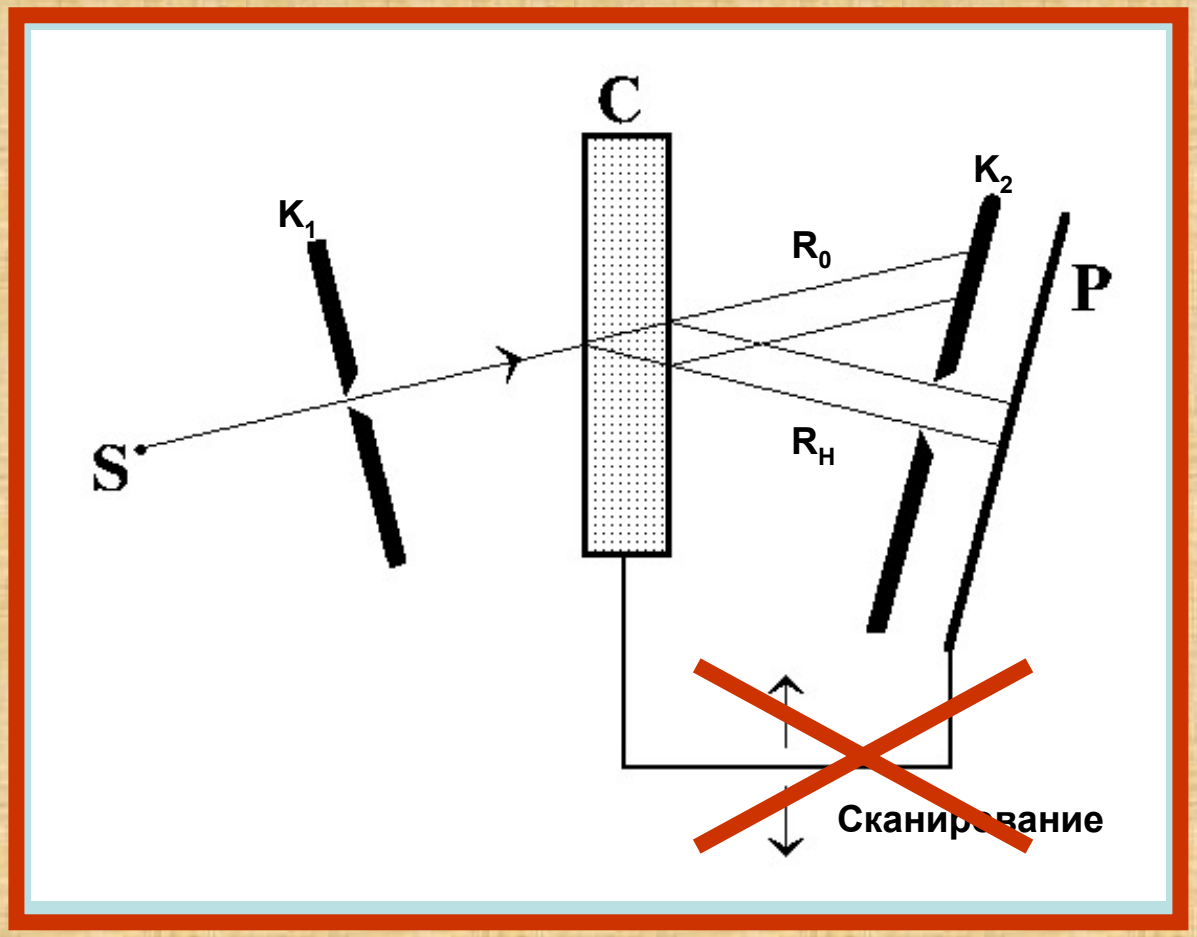


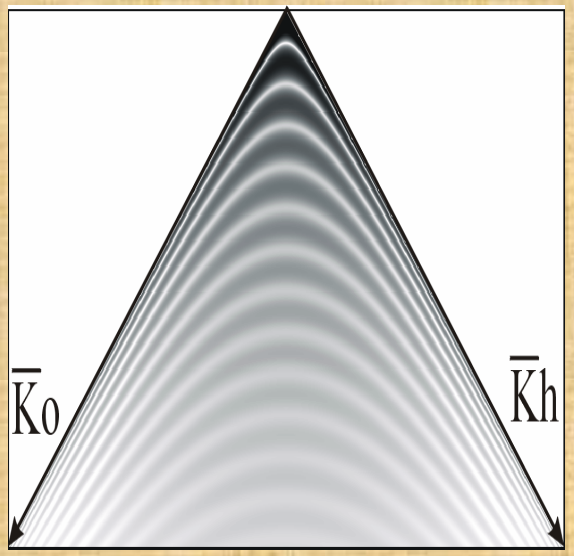
Двухкристальня топограмма монокристалла германия с дислокациями пересекающими поверхность кристалла (111). На поверхности кристалла формируются изображения в виде двухлепестковых розеток..Дислокации Ориентированы вдоль направления [110].

Двухкристальная топограмма кристалла германия. Три дислокации лежат под поверхностью кристалла в направлении $[0\,\bar{1}\,1]$. Тень от этих дислокаций хорошо видна.

U.Bonse Direct Observation of Imperfections in Crystalsct New York (1962), p.431

Секционная рентгеновская топография

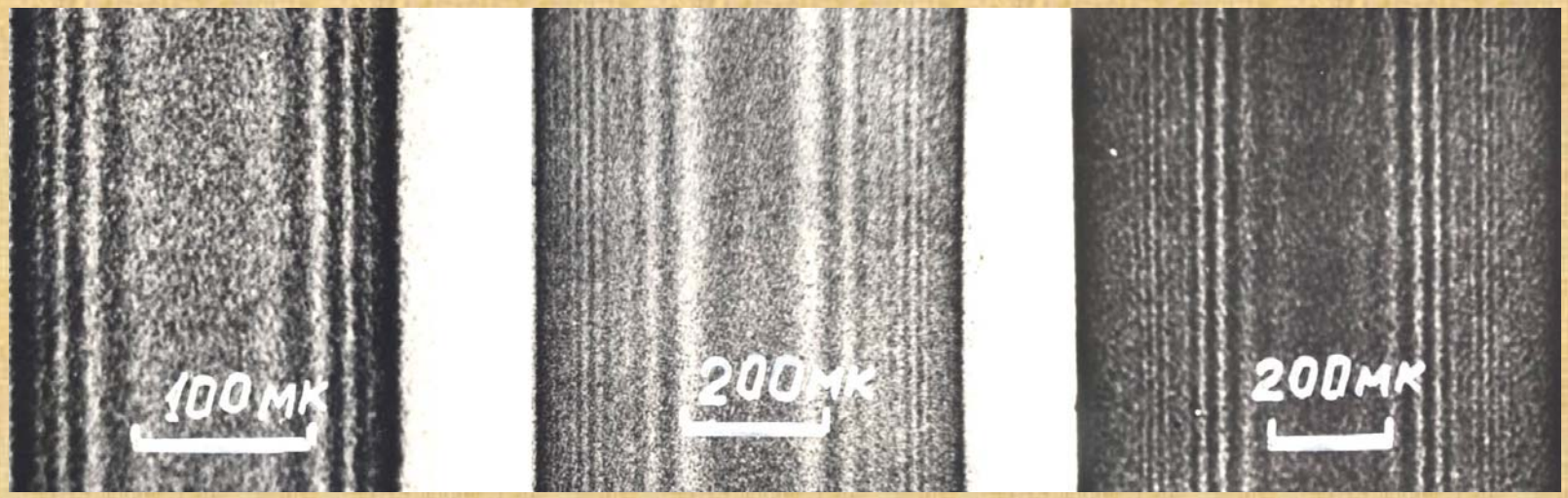




Остановим сканирование ➡ получим стопкадр
это и будет секционная топограмма

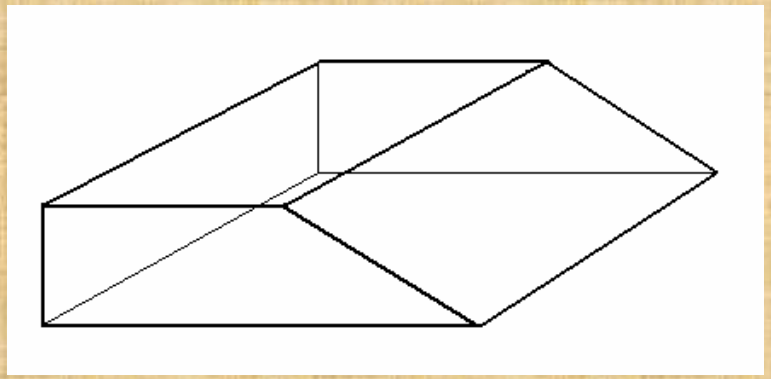
Примеры секционных топограмм идеальных кристаллов

Фрагменты секционных топограмм совершенных монокристаллов Si с разной толщиной (t = 0.42, 0.75, 1.4 mm). Интерференционные полосы четко видны на тотограммах.



E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast
Phys.Stat.Sol. 26,1,385-395,1974

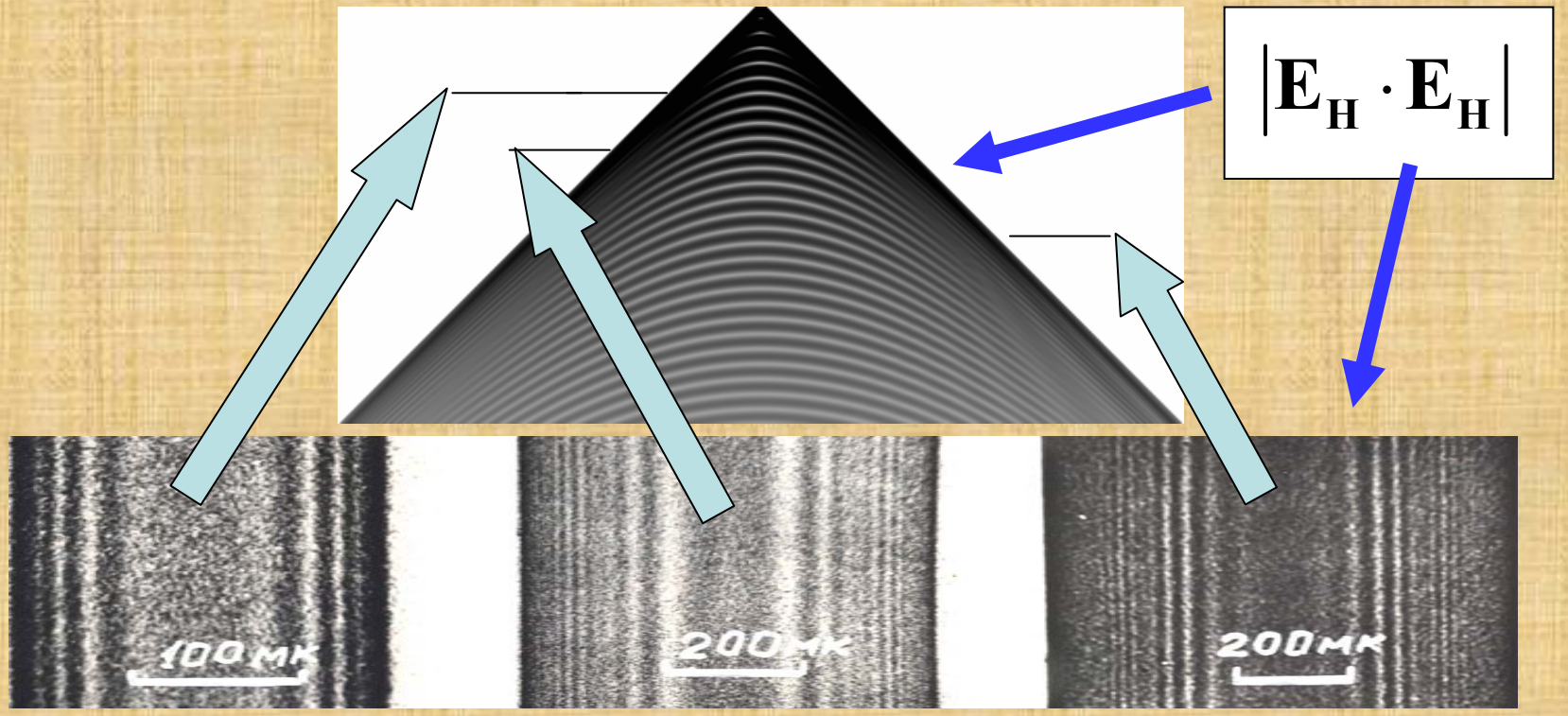
Секционное изображение клиновидного кристалла кремния



Рентгеновская секционная топограмма клиновидного кристалла, излучение AgKα, отражение (220). Наблюдаются гиперболические экстинкционные полосы. Хорошо видны биения, обусловленные присутствием двух поляризаций.

Hattorio H., Kato N. J.Phys.Soc.Jap. (1966), 21, 1772-1777

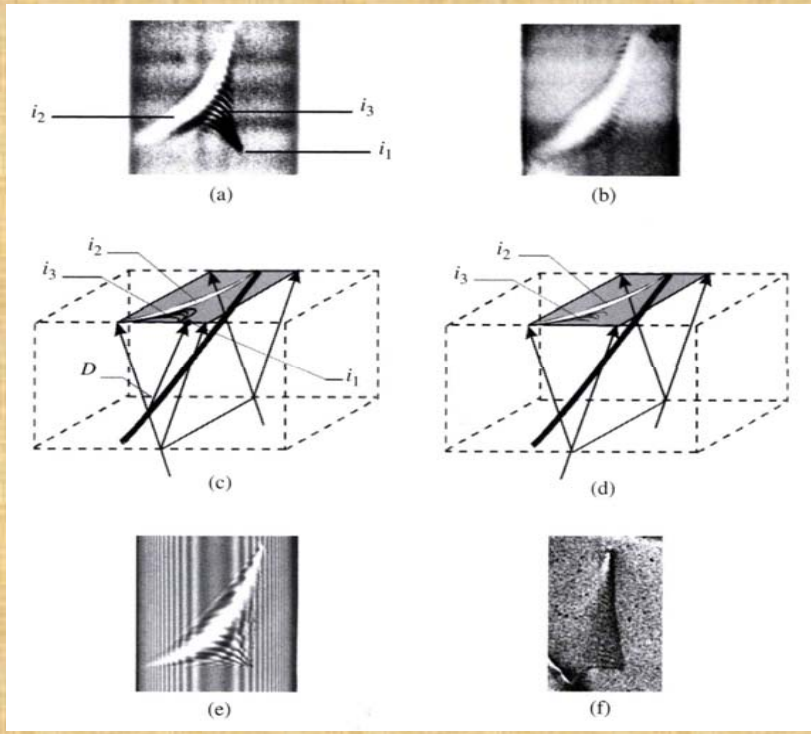
Примеры секционных топограмм и численного моделирования волнового поля в идеальных кристаллах



E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast
Phys.Stat.Sol. 26,1,385-395,1974

Секционное изображение дислокации в общем положении

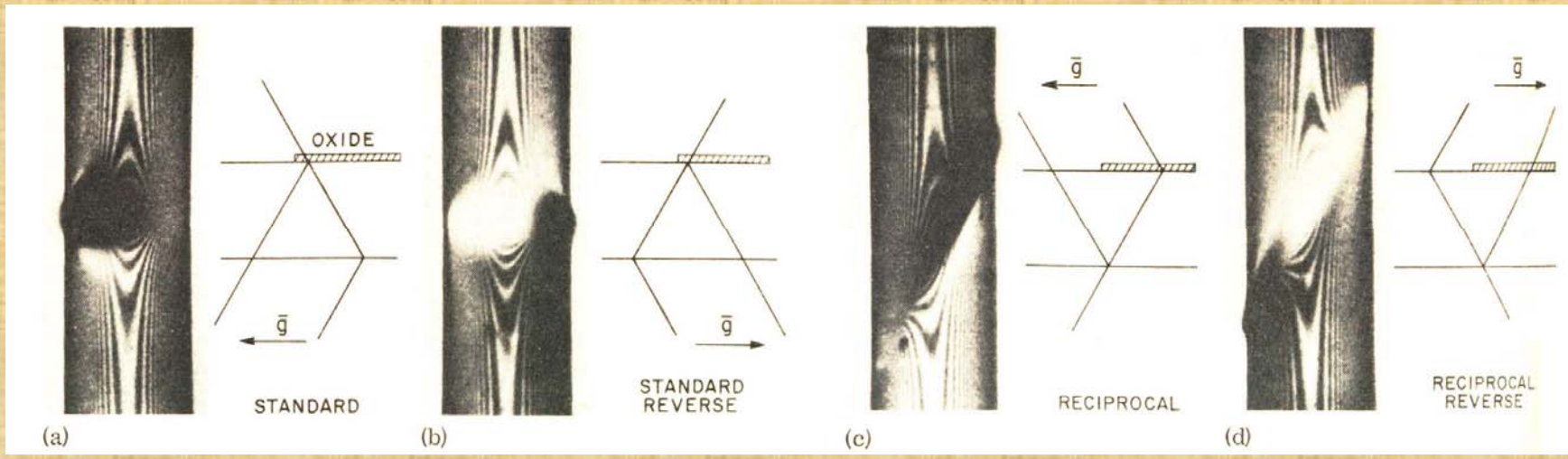
Изображение дислокации на секционной топограмме. Кремний, MoKa, толщина кристалла 0.8 мм, μt ≈ 1.12. (a) Отражение (220); i_1 – прямое изображение; i_2 – динамическое изображение; i_3 - промежуточное изображение. (b) Та же дислокация, что и в (a), отражение (220), дислокация не пересекает прямой пучок, нет прямого изображения. (c) Формирование изображения (a). (d) Формирование изображения (b). (e) Компьютерная обработка (a), представленная с разрешения Epelboin и Authier (1983). (f) Проекционная топограмма дислокации в (a), то же отражение.

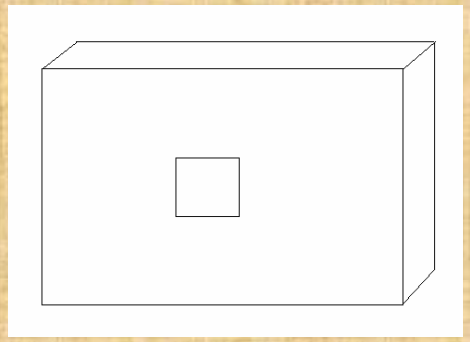


A.Authier, Adv. X-ray Anal., 10, 9-31, (1967)

Секционная топография на краях окисной пленки

Секционные топограммы для четырех различных геометрических расположений под пучком; δ = 30 градусов, толщина пленки 5100 Å.

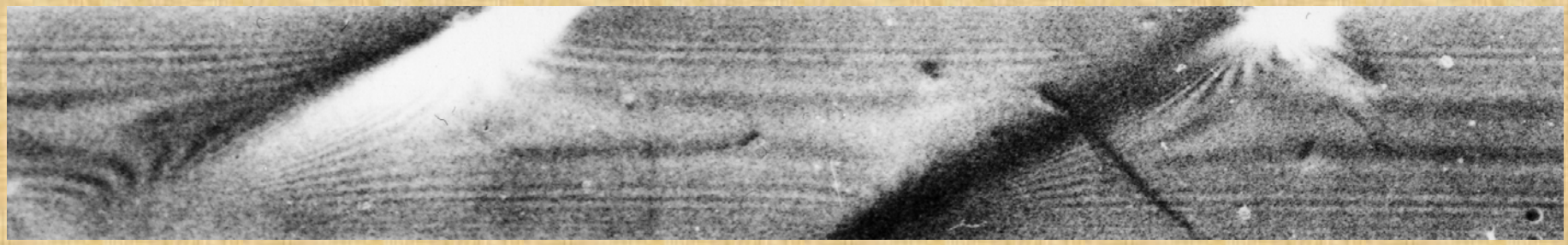




Ando Y., Patel J.R., Kato N. J.Appl.Phys. V.44, N10, 4405-4412, (1973)

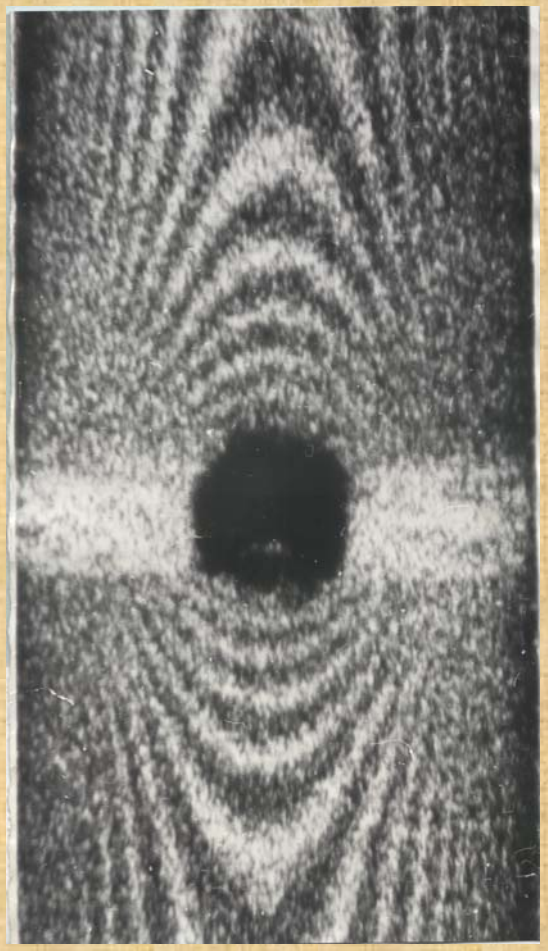
Топограмма монокристалла кремнии с окисной (аморфной) пленкой на поверхности

В пленке вытравлены окна.
На снимке широкое окно расположено косо. На его границах в связи с сильными напряжениями изменяется структура интерференционных полос.
Есть расчетная топограмма, из сравнения которой с данной были определены эти напряжения. Излучение MoKα, отражение (422).



Из работы И.Л.Шульпиной

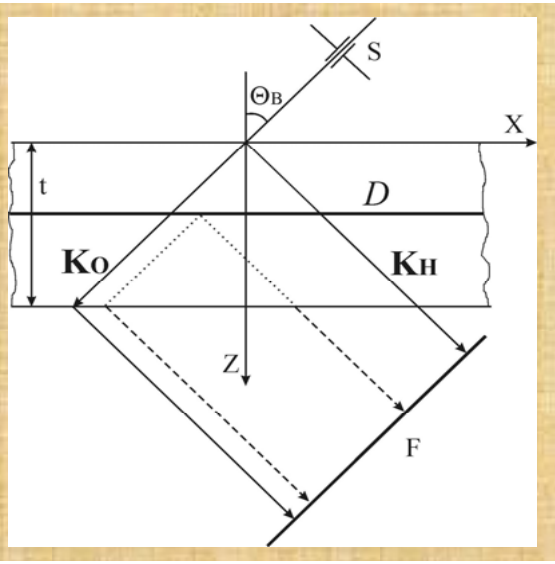
Секционная топограмма винтовой дислокации параллельной вектору дифракции

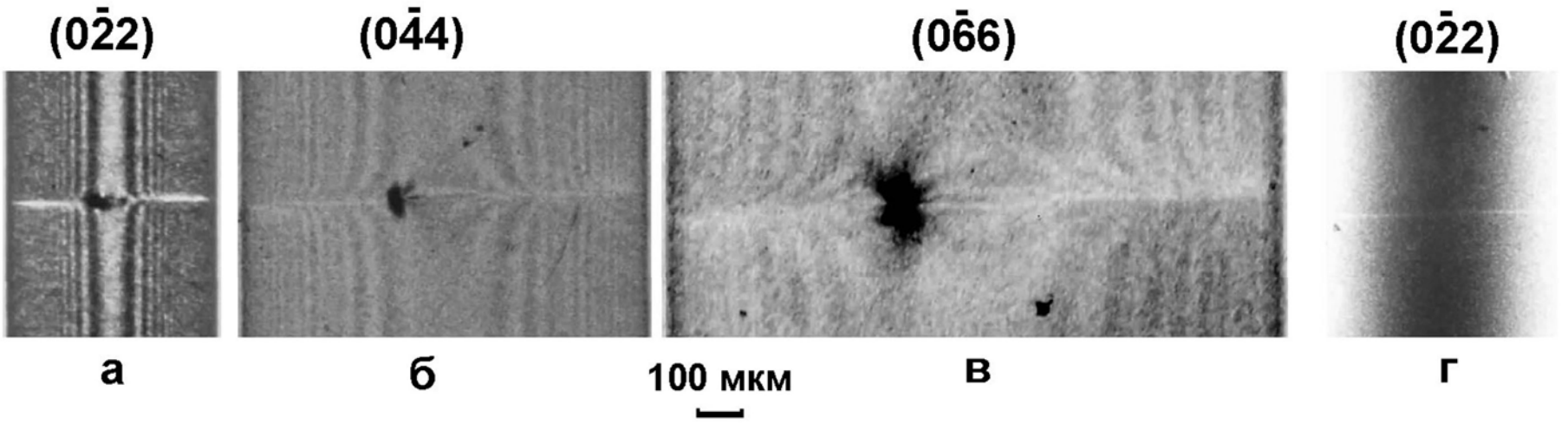


В.Л.Инденбом, В.И.Никитенко, Э.В.Суворов, В.М.Каганер Phys.Stat.Sol. (a)46, 1, 1978, p.379-386,

Механизмы образования дифракционного контраста дефектов кристаллической решетки на примере формирования изображения дислокаций

Схема иллюстрирующая образование секционного изображения дислокации и экспериментальные топограммы





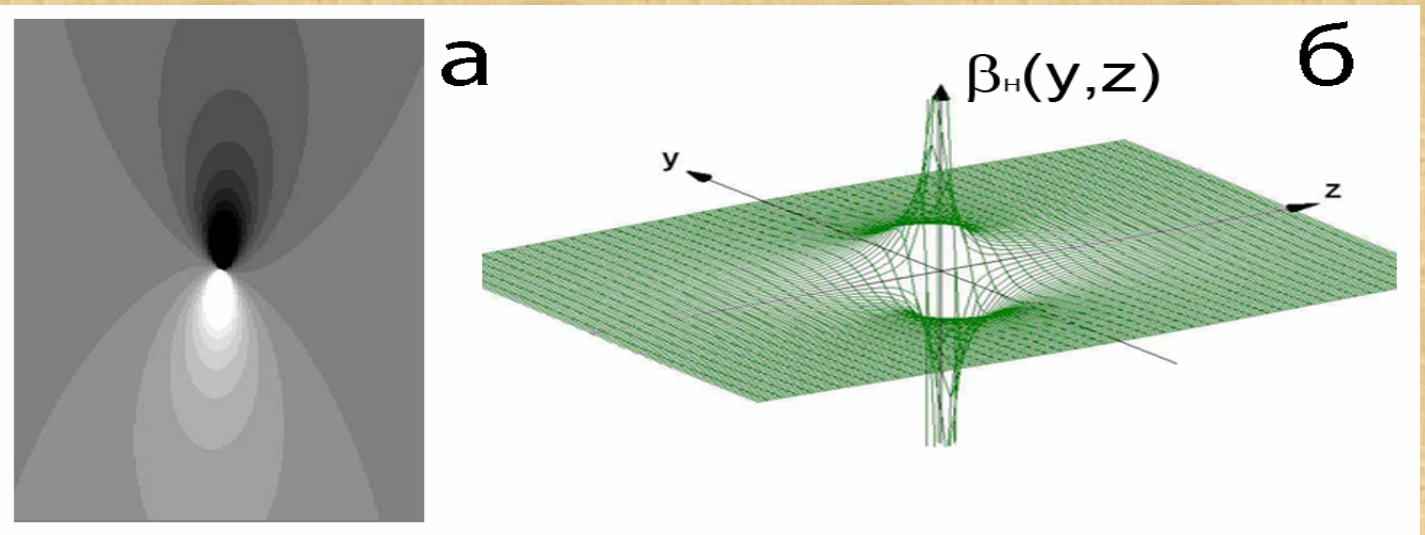
Поле локальных разориентаций винтовой дислокации

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$$\alpha = -\frac{\delta d}{d} \cdot tg\theta + \delta\theta$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot (H_{HKL}, U(r))$$

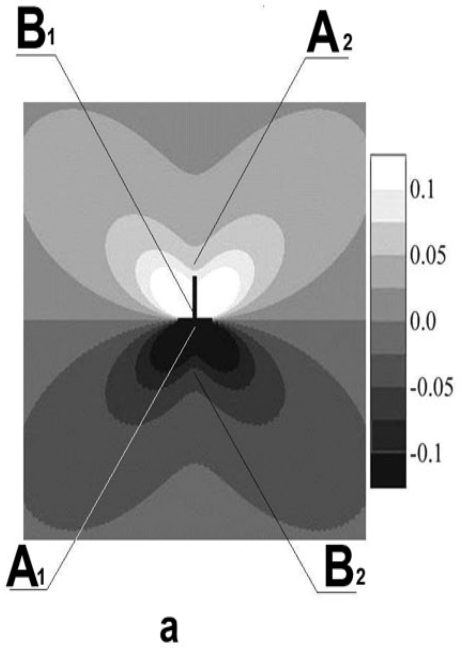
$$\begin{cases} -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1} C \mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right) \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C \mathbf{D}_0 - \alpha(r) \cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$



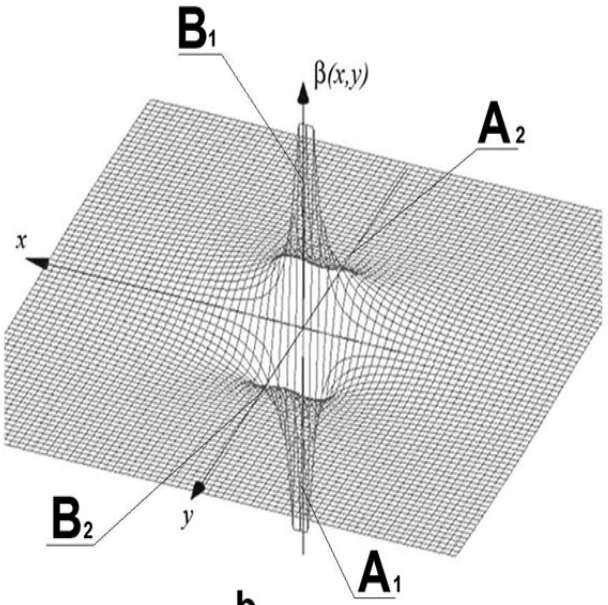
Вид функции локальных разориентаций для краевой дислокации

$$\beta(\mathbf{r}) = -2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right)\cdot\left(\mathbf{K}_{\mathrm{H}}\mathbf{u}(\mathbf{r})\right)$$

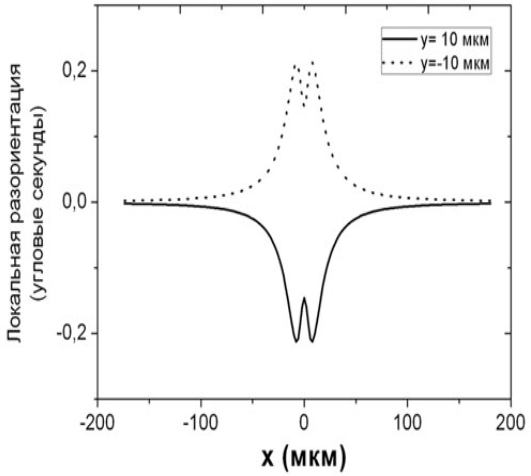
$$\left(\mathbf{K}_{\mathrm{H}}\mathbf{u}(x,y)\right) = \frac{\left(\mathbf{K}_{\mathrm{H}}\mathbf{b}_x\right)}{2\pi}\left[arctg\frac{y}{x} + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)}\right]$$



a



b



c

Дж.Хирт, И.Лоте Теория дислокаций М., Атомиздат 1972

Authier A. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford: Science Publications. 2001

Некоторые выводы геометрической оптики

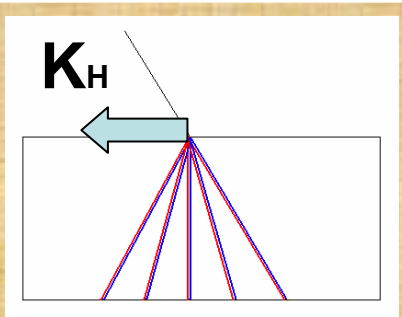
$$\pm \frac{\chi}{2} \cdot \frac{d}{dz}\left(\frac{dx/dz}{\sqrt{1-(dx/dz)^2}} \right) = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) (\mathbf{K}_{\text{н}}\mathbf{u}(\mathbf{r}))$$

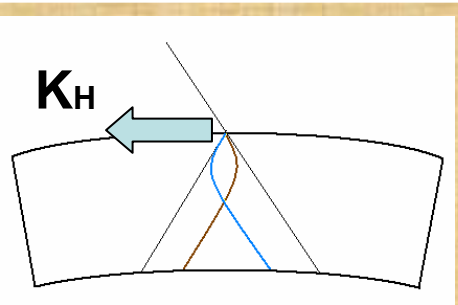
$$\frac{d\mathbf{p}}{dz} = \mathbf{F}(\mathbf{r}) \qquad \mathbf{F}(\mathbf{r}) = -\frac{1}{4}\left(\frac{\partial}{\partial z} + \frac{\partial}{\partial x} \right) \bullet \beta(\mathbf{r}) = -\frac{1}{2}\left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) \bullet (\mathbf{K}_{\text{н}}\mathbf{u}(\mathbf{r}))$$

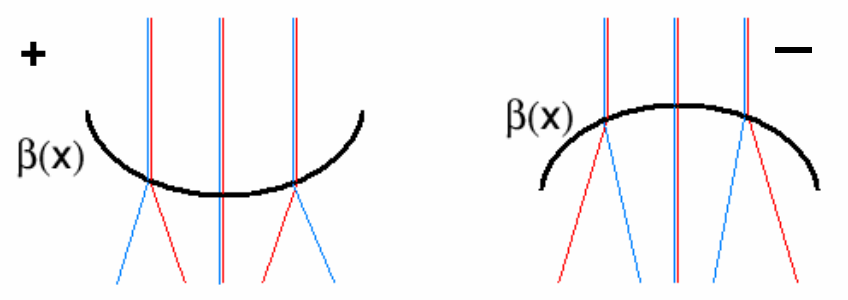
1 — Нормальная волна

2 — Аномальная волна

$$\mu_{1,2} \approx \frac{\mu}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_{hi}}{\chi_{0i}} \cdot \cos\varphi \right)$$

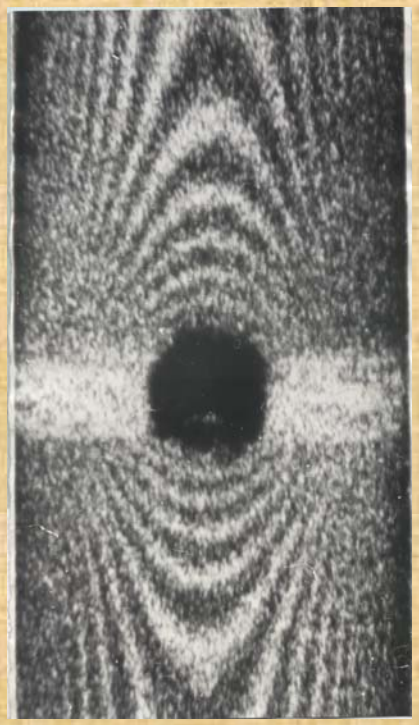


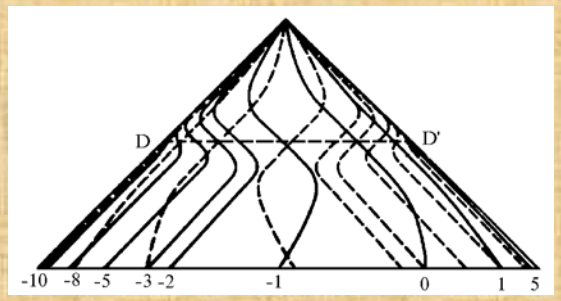


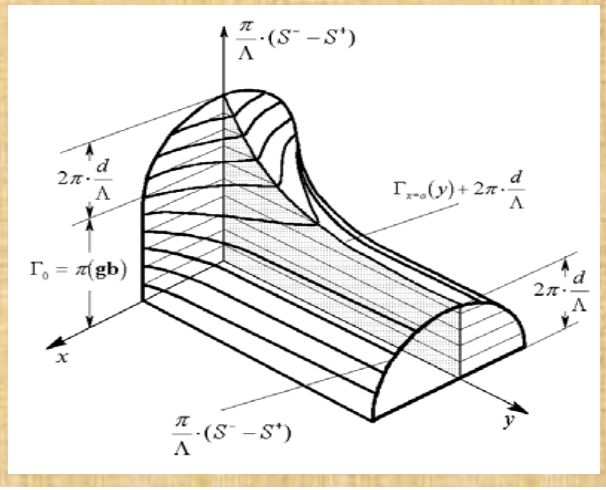


N.Kato J. Physical Soc.Jap.1963, 18,N12, 1785-1791; 1964, 19, N1, 67-77; 1964, 19, N6, 971-985
K.Kambe Z.Naturforsh., a20, 770, 1965
В.Л.Инденбом,Ф.Н.Чуховский Кристаллография 16, 6, 1101-1109 1971
В.Л.Инденбом,Ф.Н.Чуховский УФН 1972, 107, 2, 229-265

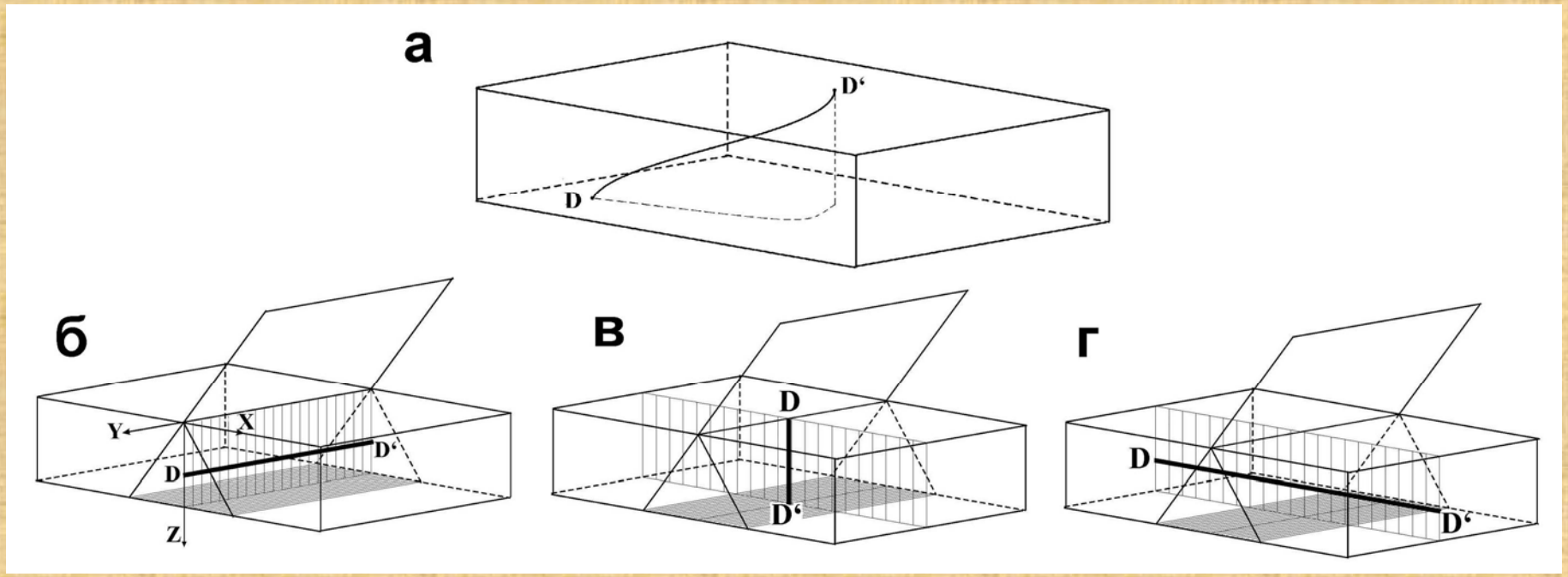
Вклад убывающего (~1/r) упругого поля дислокации в образование изображения дислокаций в методах секционной топографии





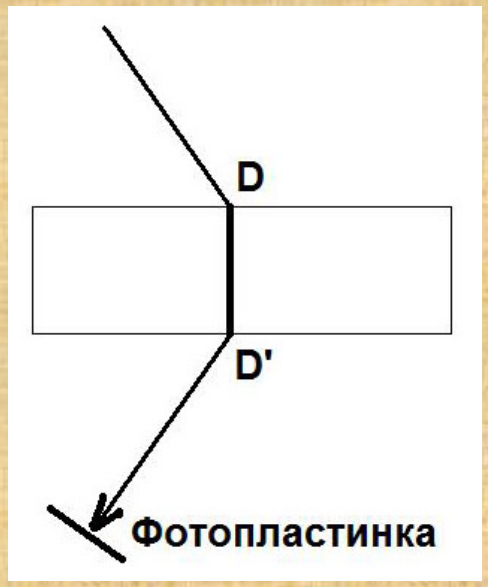


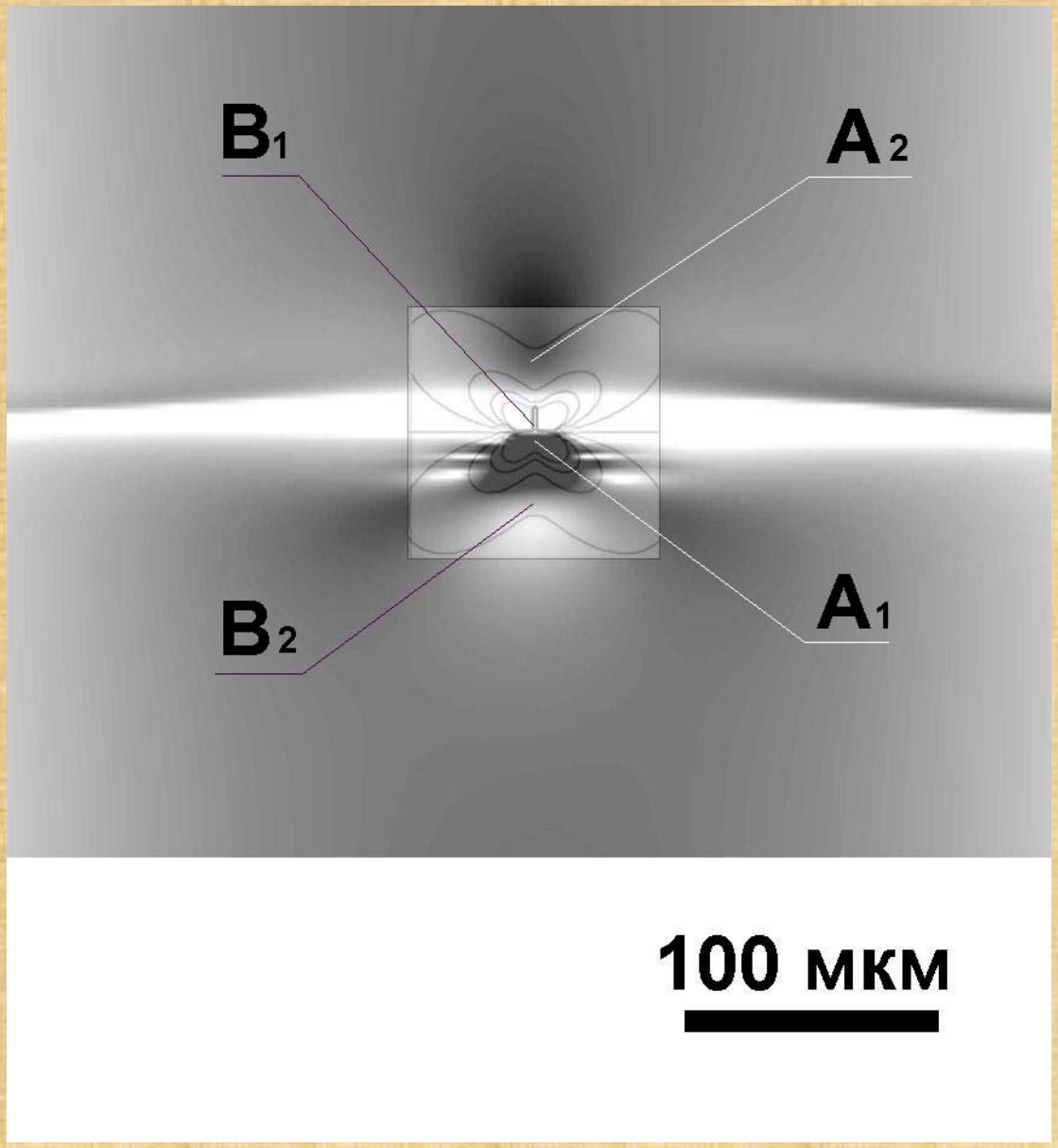
В.Л.Инденбом, В.И.Никитенко, Э.В.Суворов, В.М.Каганер
Phys.Stat.Sol. (a)46, 1, 1978, p.379-386

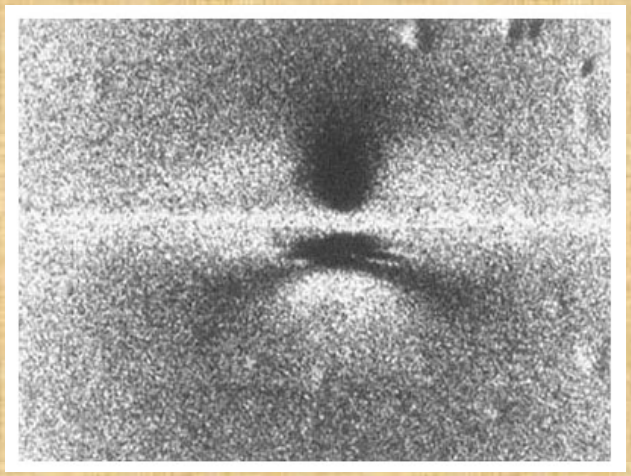


Общее и специальные расположения дислокационной линии в кристалле.
а) – общее расположение дислокационной линии DD' в объеме кристалла;
б) – XYZ – система координат привязанная к схеме дифракции, вектор дифракции H направлен вдоль оси X, плоскость дифракции XZ, линия дислокации DD' перпендикулярна плоскости рассеяния XZ;
в) – ось дислокации DD' перпендикулярна вектору дифракции H и лежит в плоскости дифракции;
г) - ось дислокации DD' лежит в плоскости XZ параллельно вектору дифракции.

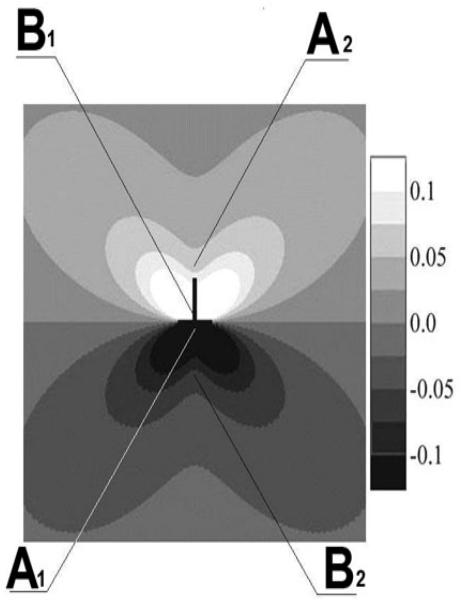
Изображение краевой дислокации



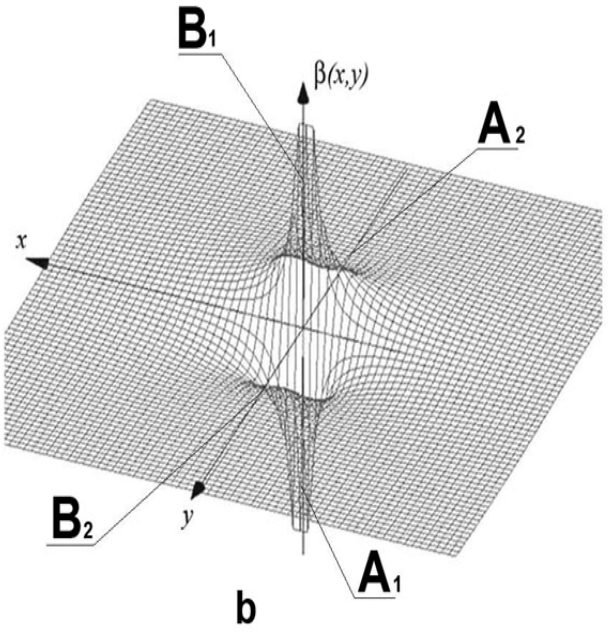




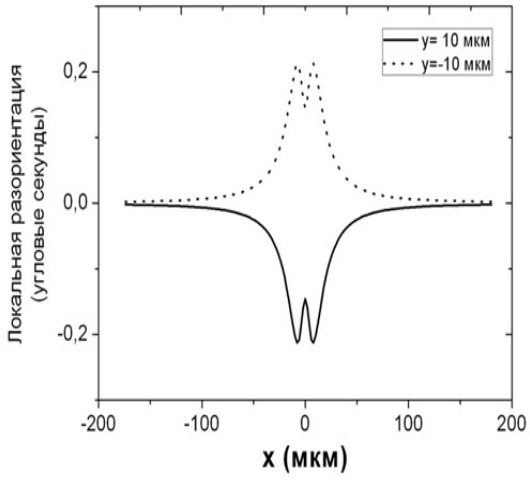
Вид функции локальных разориентаций для краевой дислокации



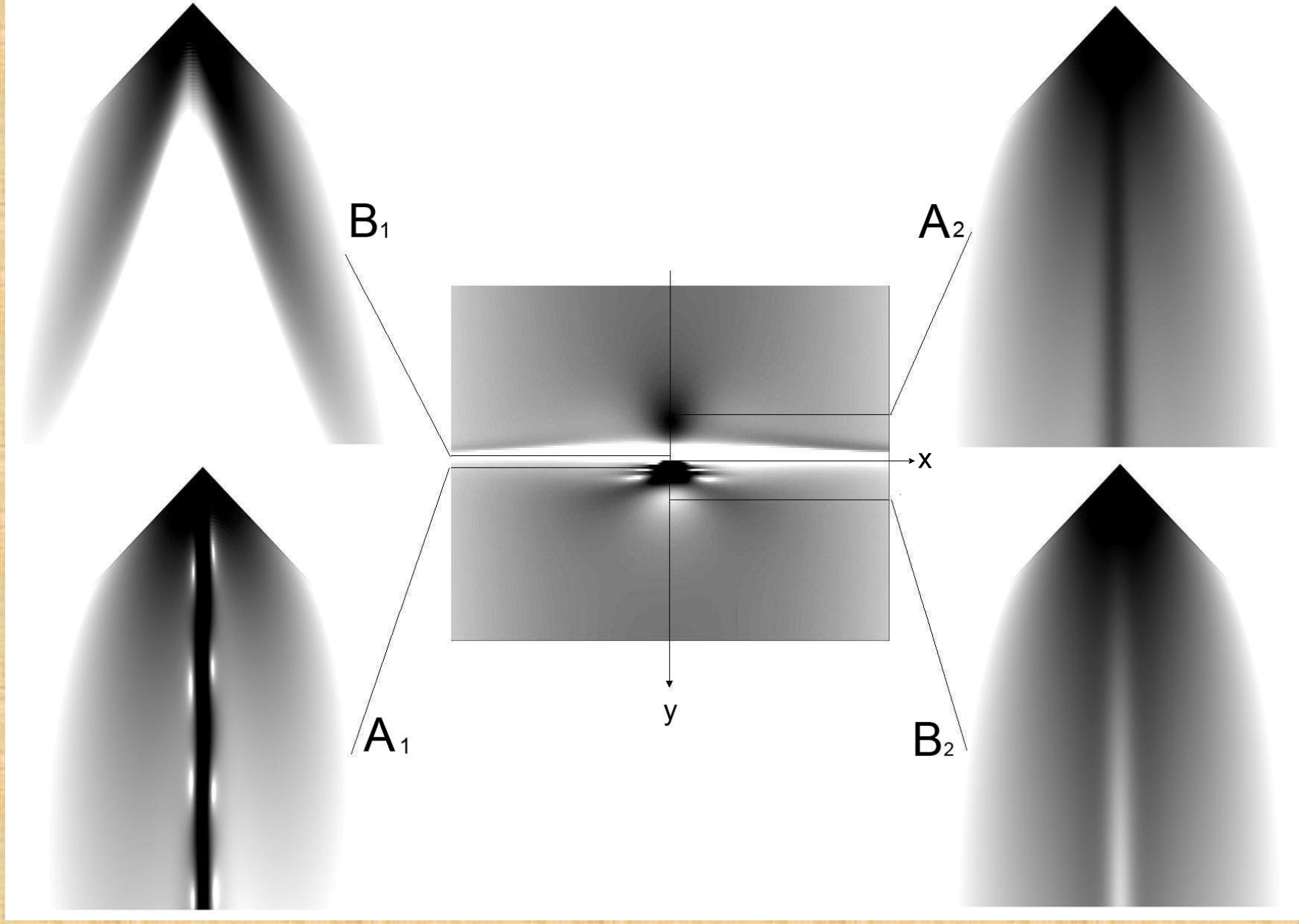
a

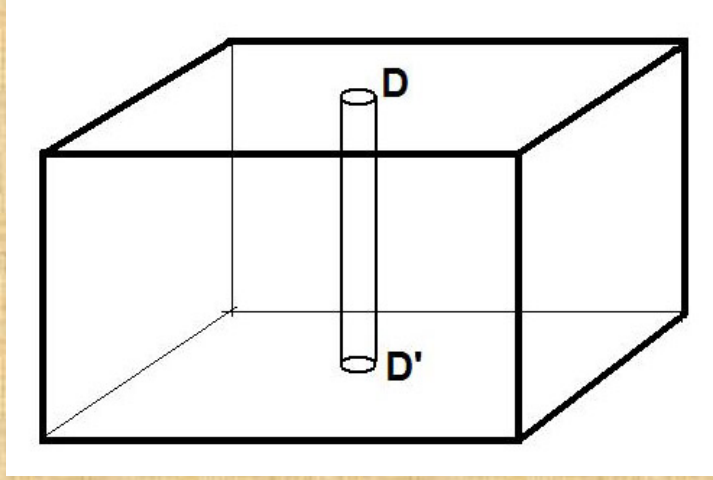


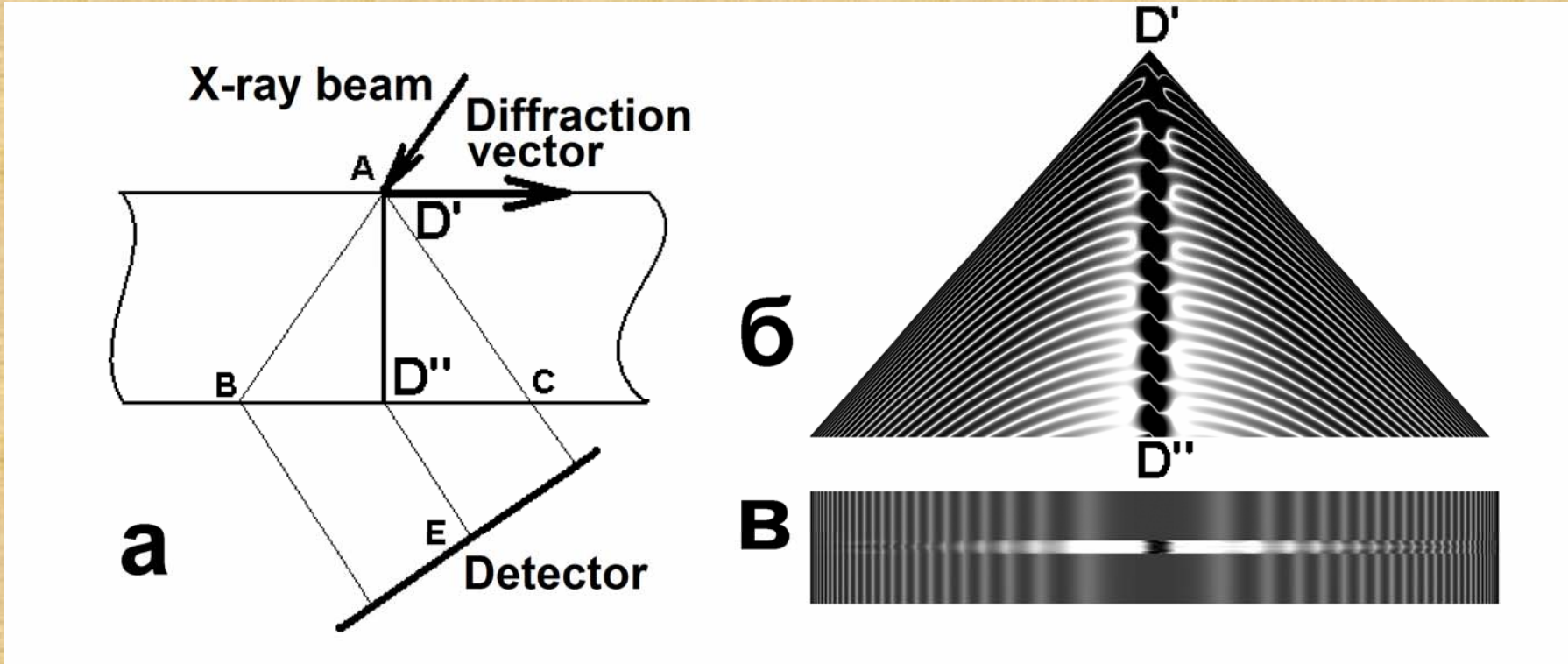
b



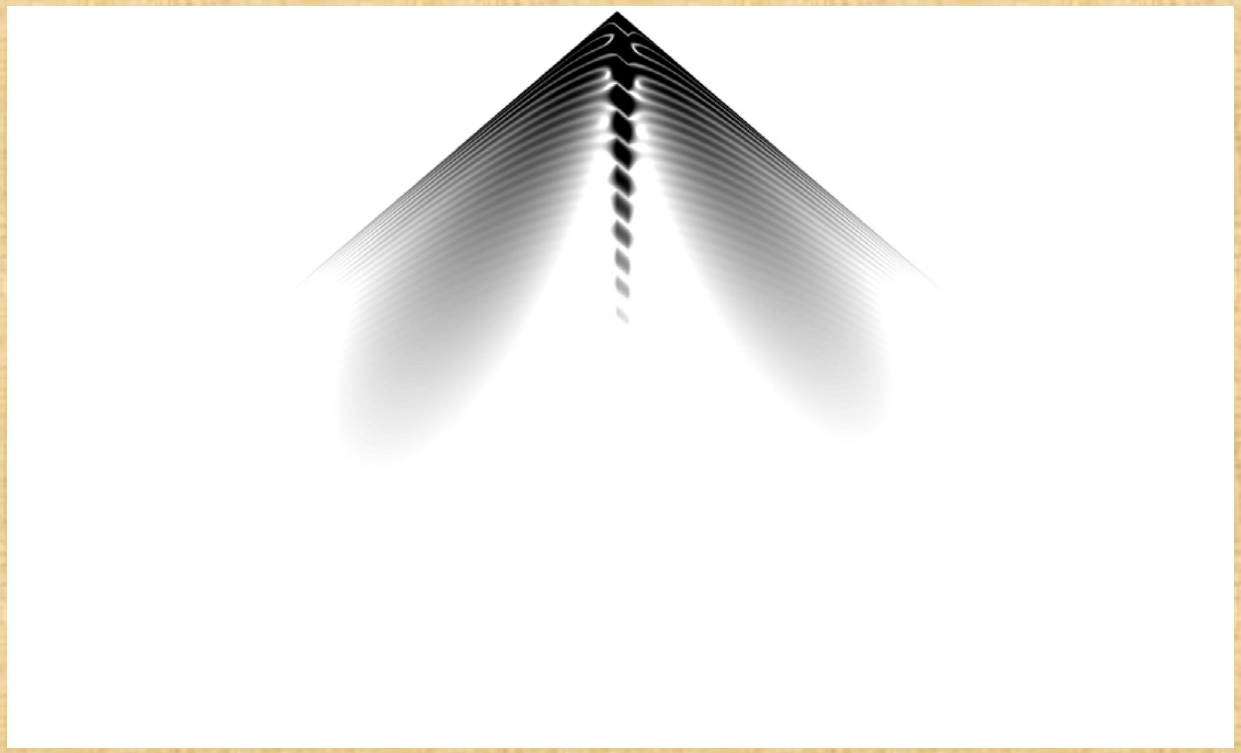
c


B1
A2
x
y
A1
B2

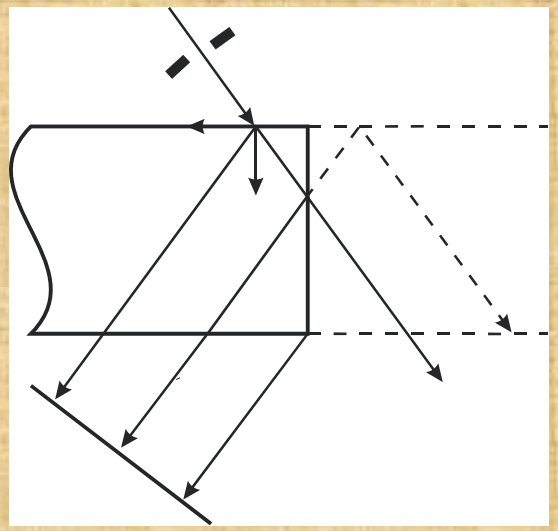

D
D'

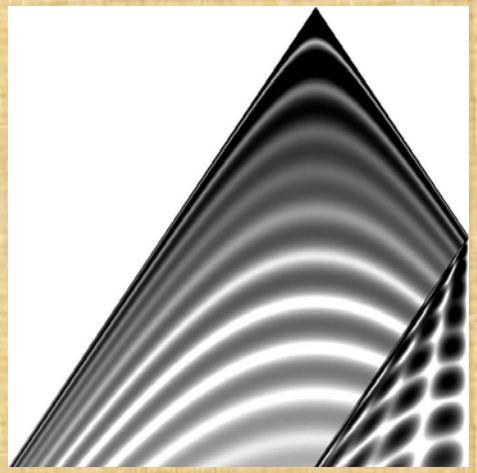

X-ray beam
Diffraction vector
A
D'
B
D''
C
E
Detector
а
б
D'
D''
в

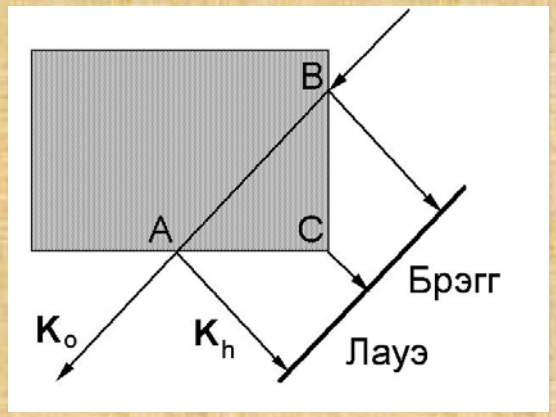
Волновое поле в кристалле с вертикально расположенным отверстием, которое запонено материалом кристалла вышедшим из отражающего положения

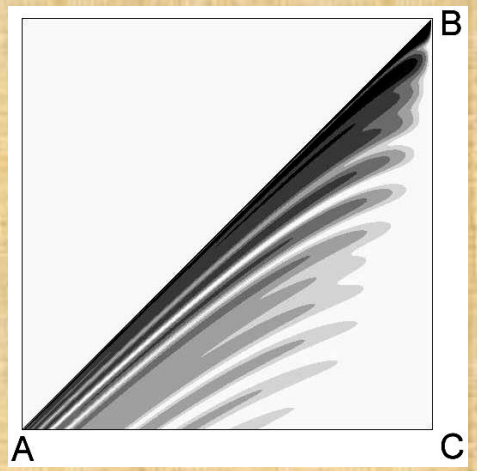


Институт физики твердого тела РАН





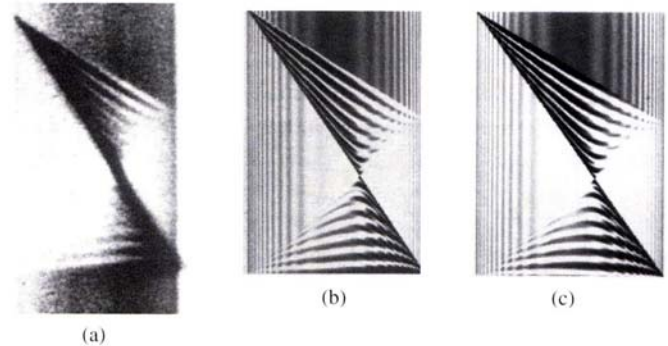




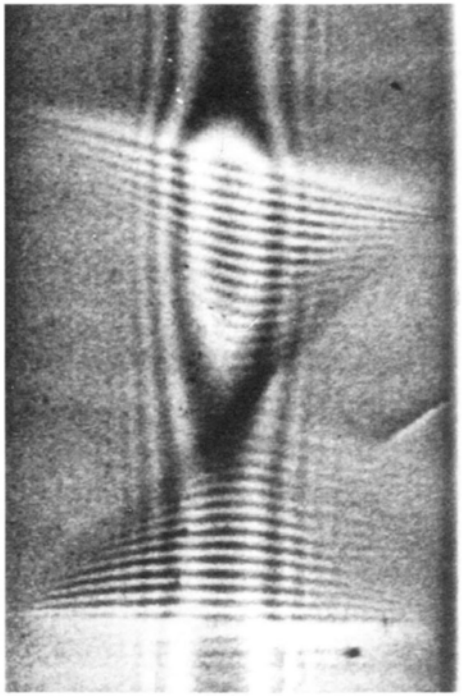
Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исслед. 1996. №7. С. 32.
Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исслед. 2002. №1. С.100.

Рентгентопографическое изображение дефекта упаковки

Дифракционное изображение дефекта упаковки в кристалле кремния (111), отражение (111), CuKα. (a) и (b) Секционные топограммы, (a) экспериментальные, (b) моделирование для дефекта упаковки, контраст первой полосы согласуется с контрастом, наблюдаемым на экспериментальной топограмме; (c) моделирование для дефекта упаковки; (d) проекционная топограмма.

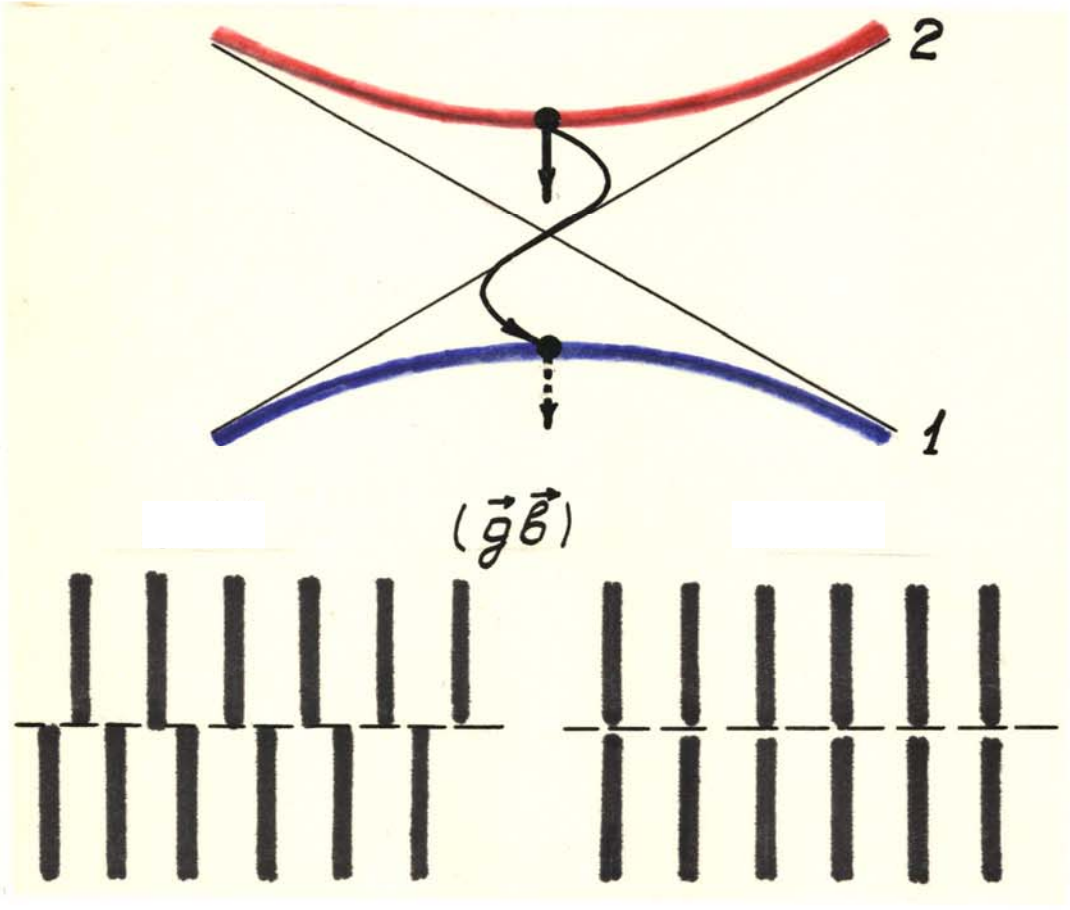


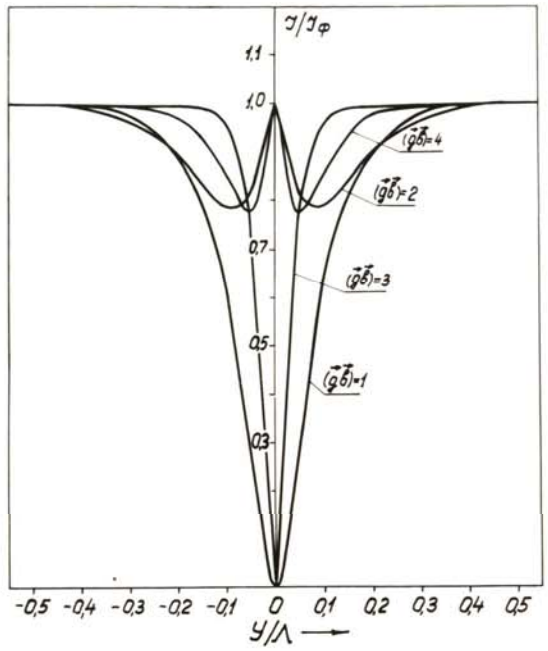
Секционная топограмма планарного дефекта. Монокристалл доломита (CaMg(CO3)2), отражение (100), излучение MoKα. Из работы A. Zarka



A.Authier, J.R.Patel Phys. Stat. Sol. (a)27, 213-222, (1975)
B.C.Wonsiewicz, J.R.Patel J.Appl. Phys. 47,1837-1845, (1976)

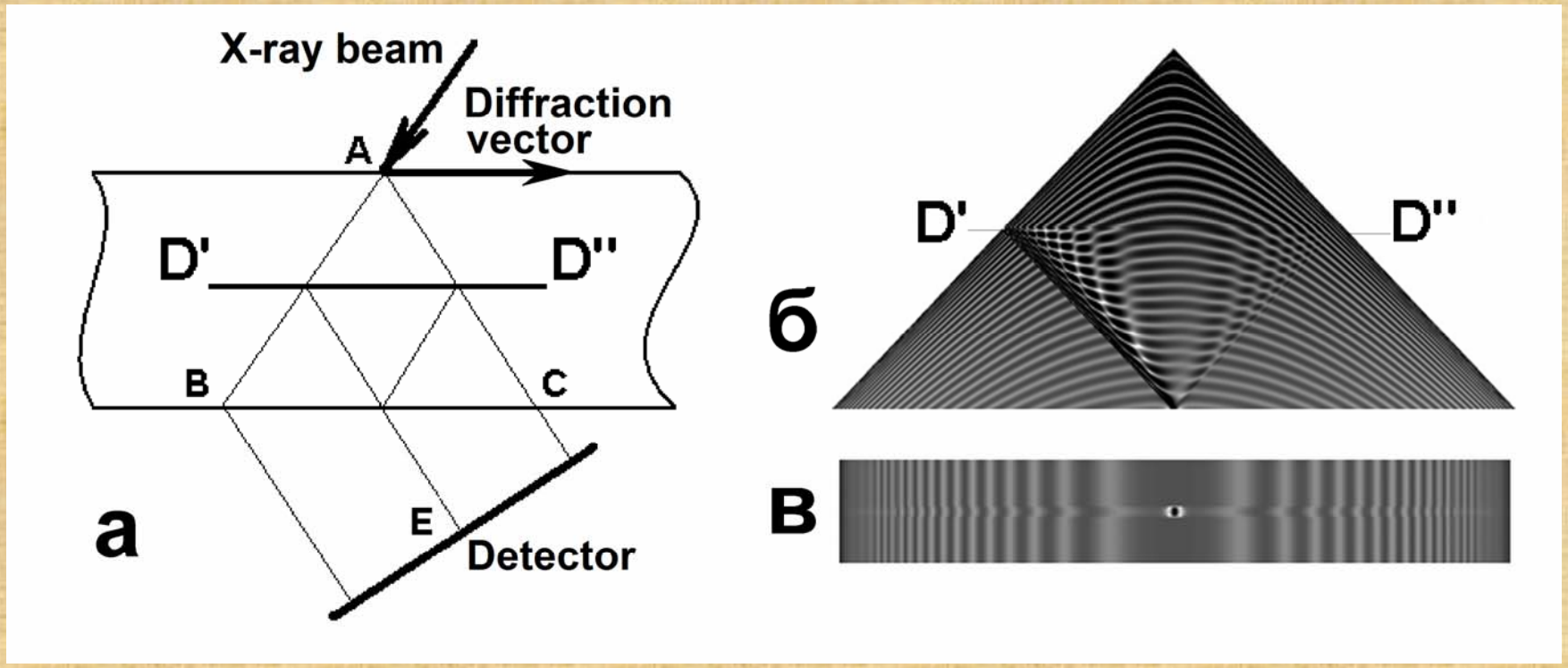
Formation Mechanism of the Dislocation Contrast in the Case of Anomalous X-Ray Transmission



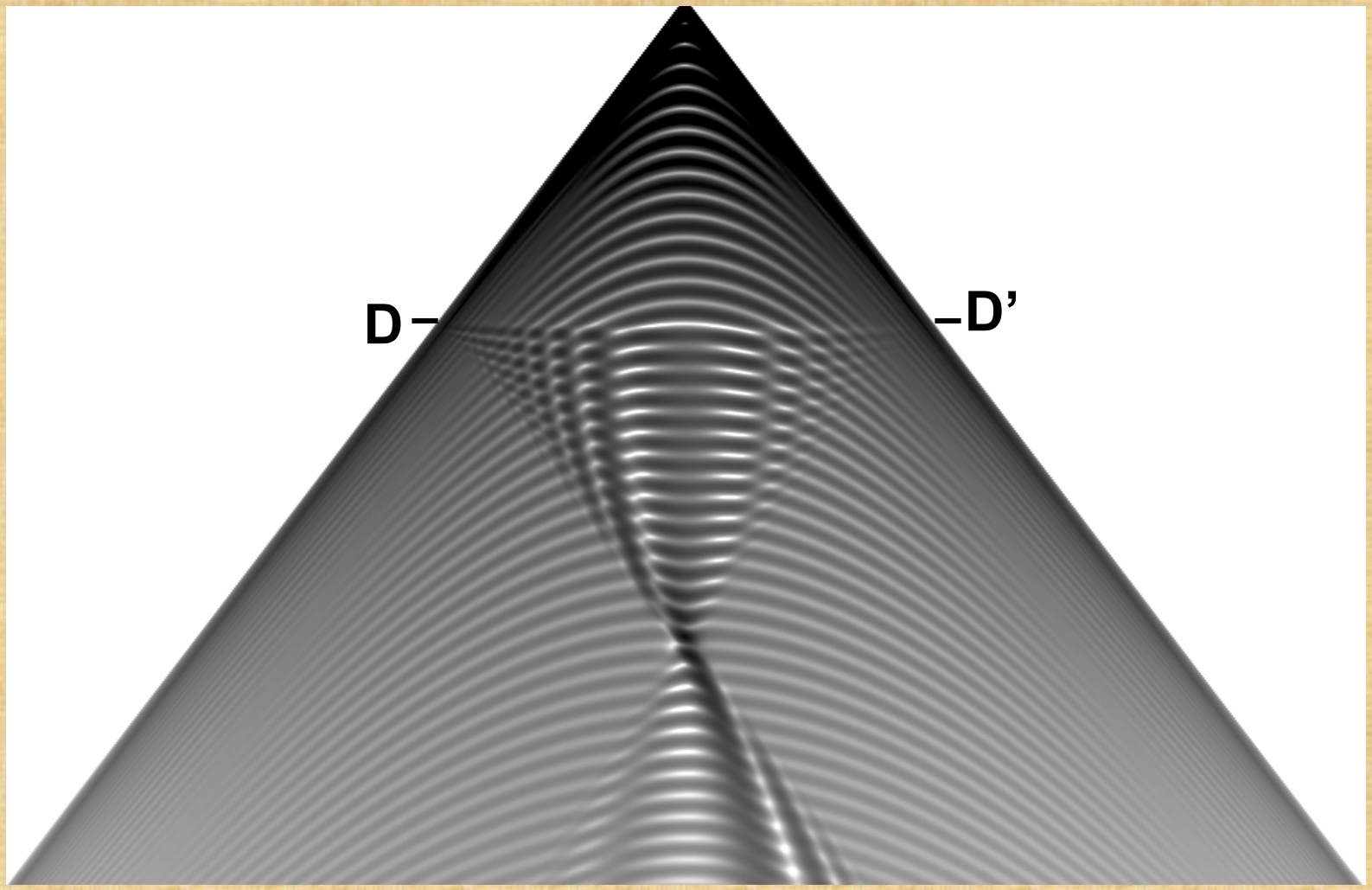


ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

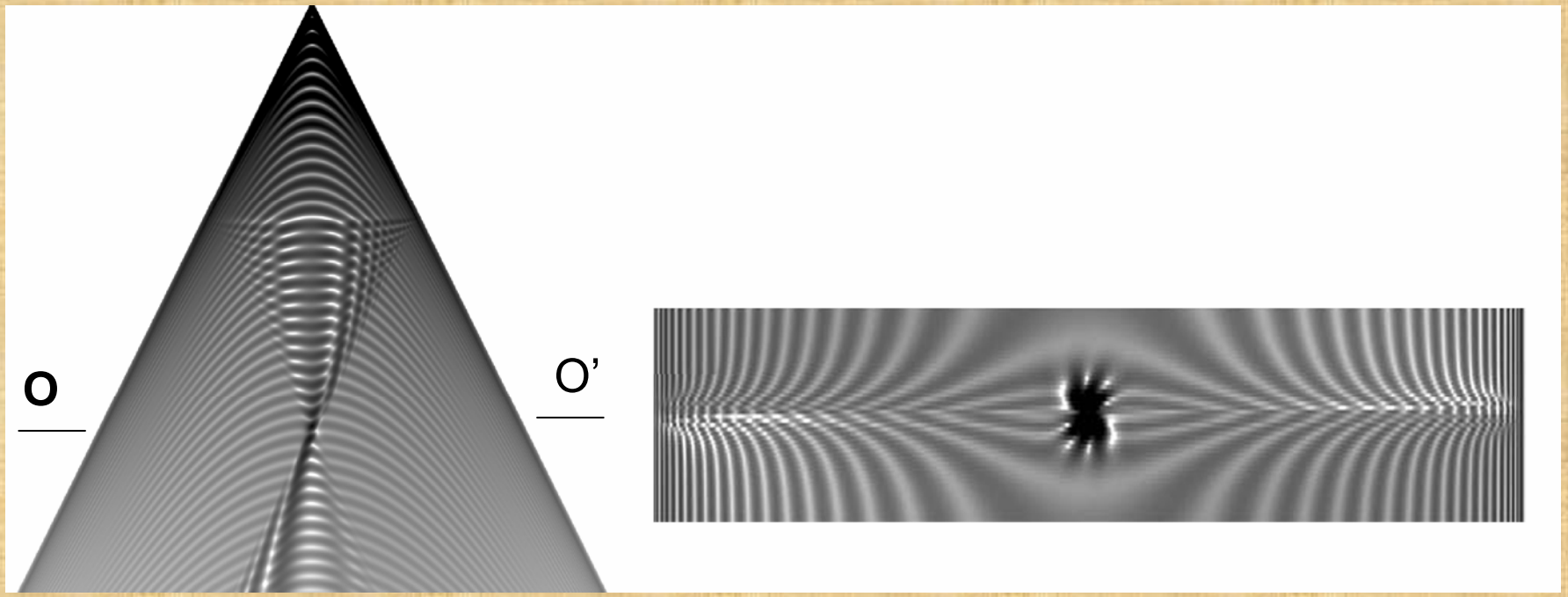
Вместо дислокации в кристалл введена трубка заполненная тем же материалом, но выведенная из отражающего положения



Волновое поле рассчитанное внутри треугольника рассеяния возникающее под дислокационной линией

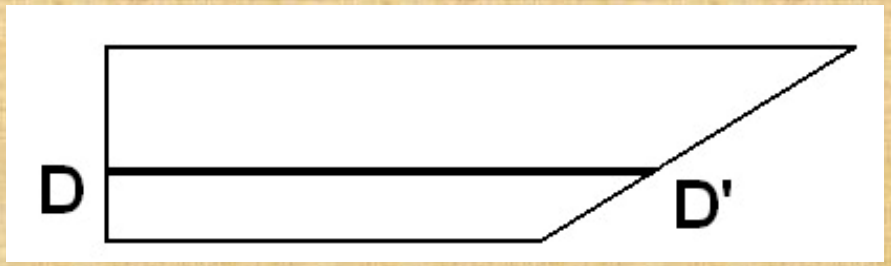


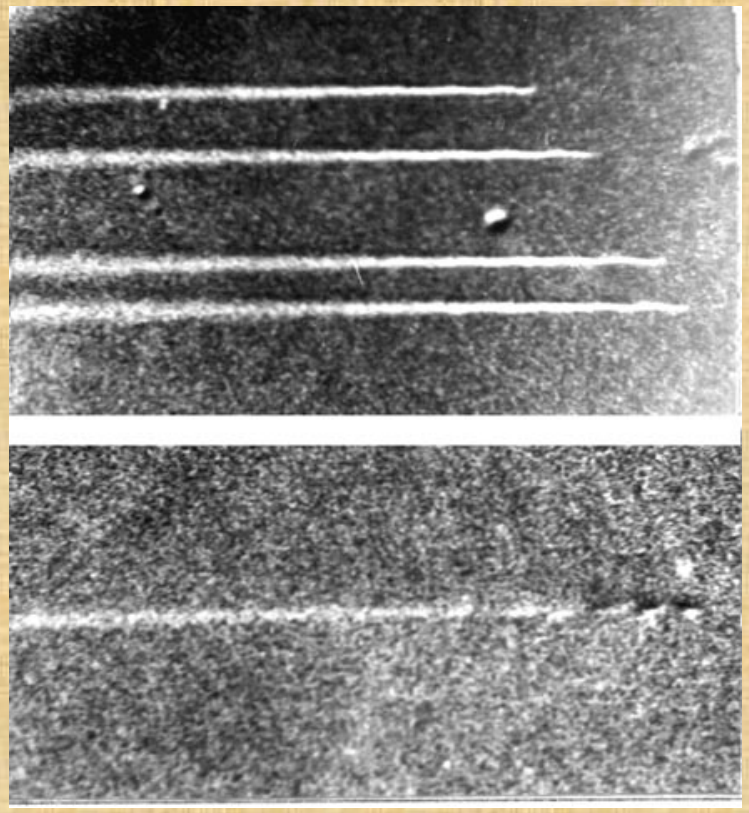
Образование дифракционного (сложного прямого) изображения дислокации в плоскости OO’



Рентгеновские топограммы монокристалла кремния с прямолинейными дислокациями, введенными при пластическом изгибе.

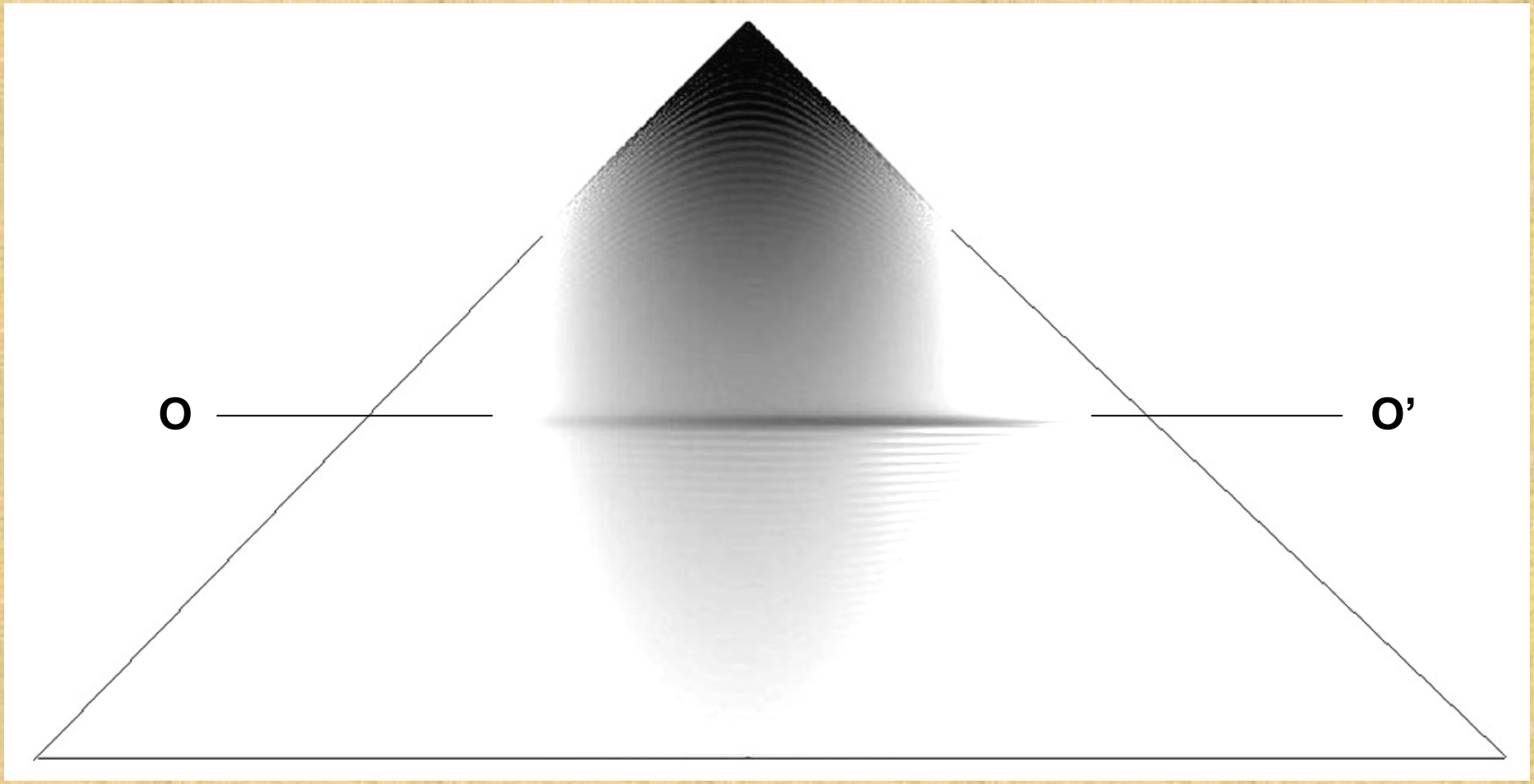
Кристалл имеет клиновидную форму,
поэтому на концах дислокаций, выходящих на поверхность, наблюдаются биения.
Излучение CuKa, отражение (220), толщина кристалла в толстой его части 3 мм.

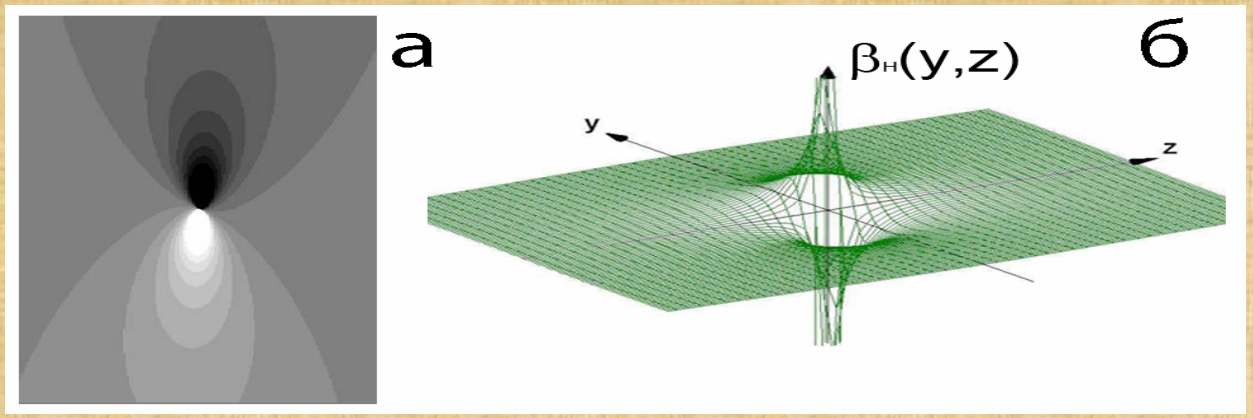


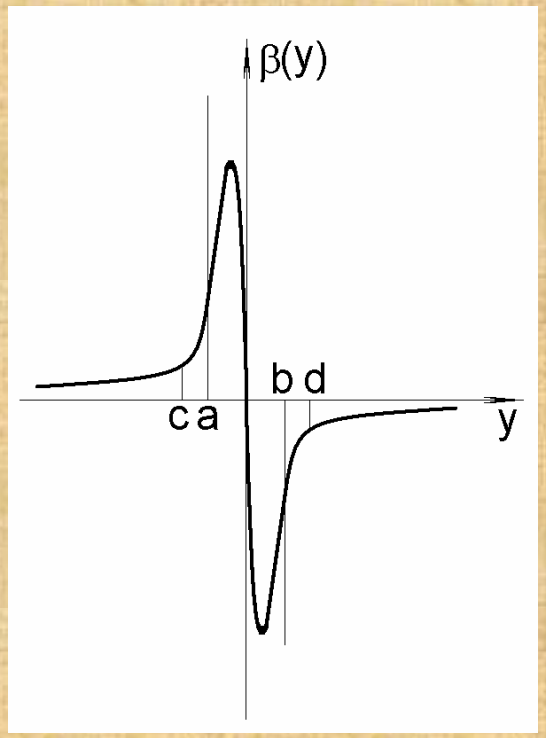


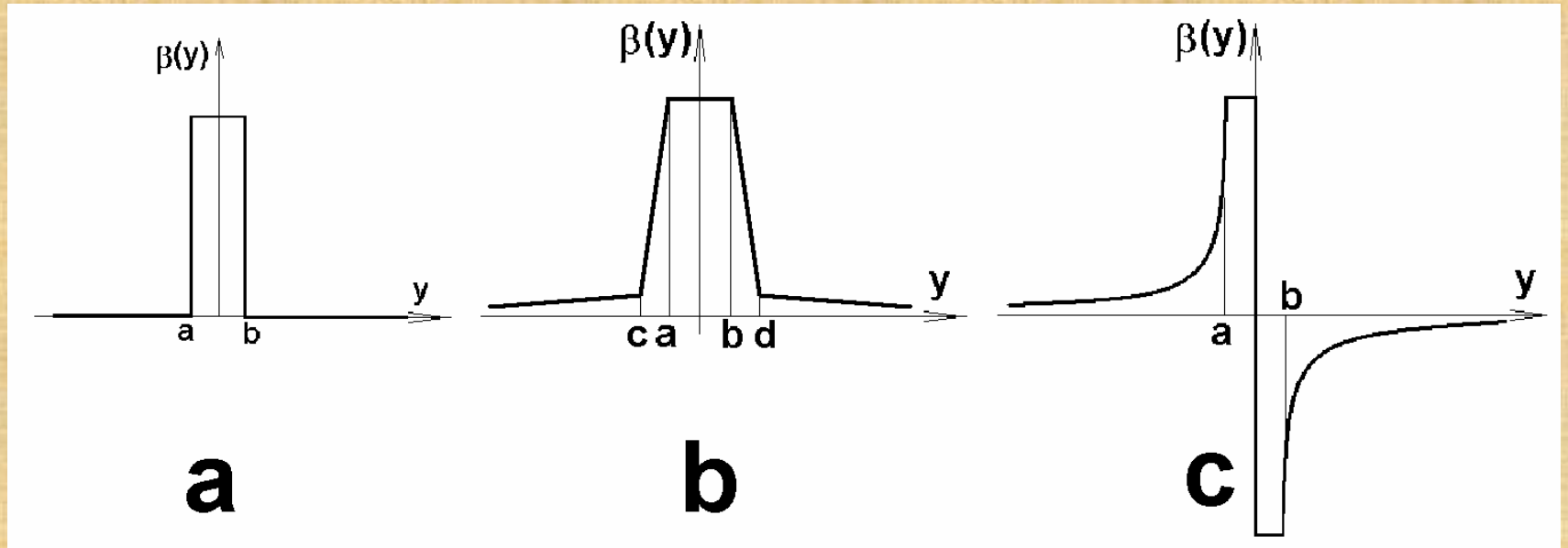
В.Л.Инденбом, В.М.Каганер, ЭВ.Суворов В.Мелинг Phys.Stat.Sol. (a)83, 1, 1984, p.195-205

Численное моделирование волнового поля в толстом кристалле в плоскости рассеяния (oo’ - ось дислокации)

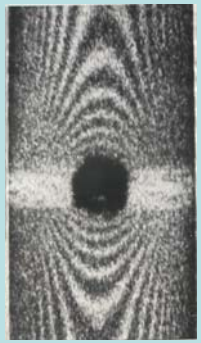


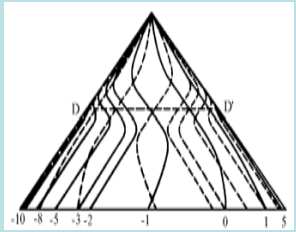

а
$\beta_н(y,z)$
б
y
z

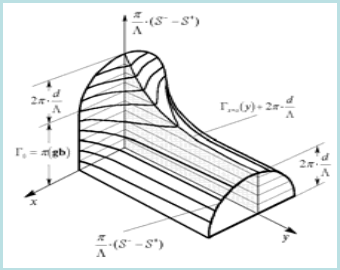

β(y)
c a
b d
y

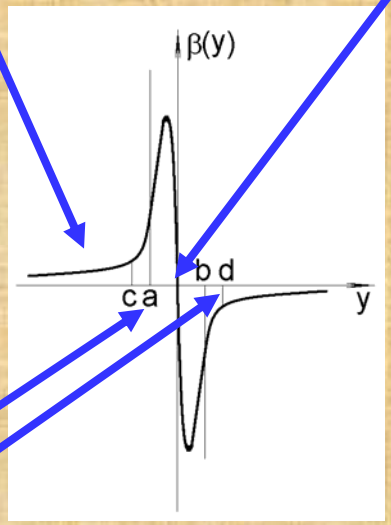

β(y)
a
b
y
β(y)
c a
b d
y
β(y)
a
b
y
a
b
c

$|y| > cd$

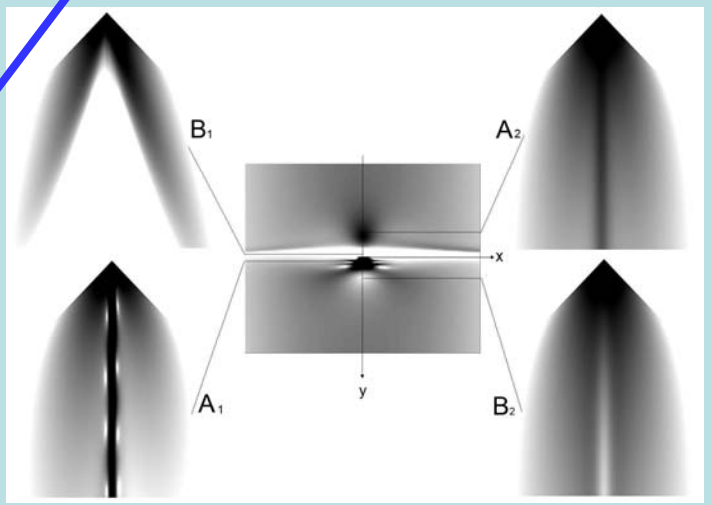


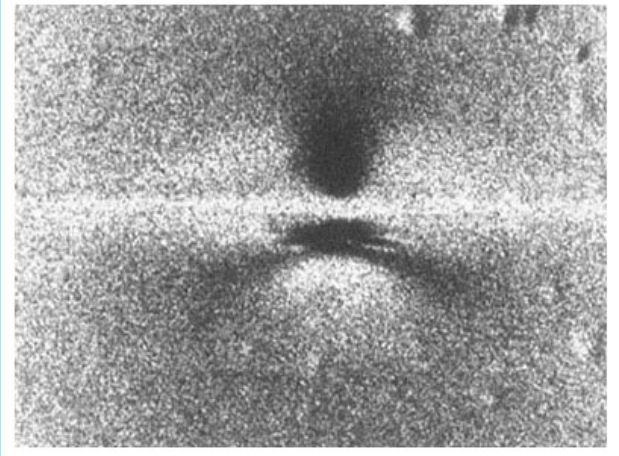






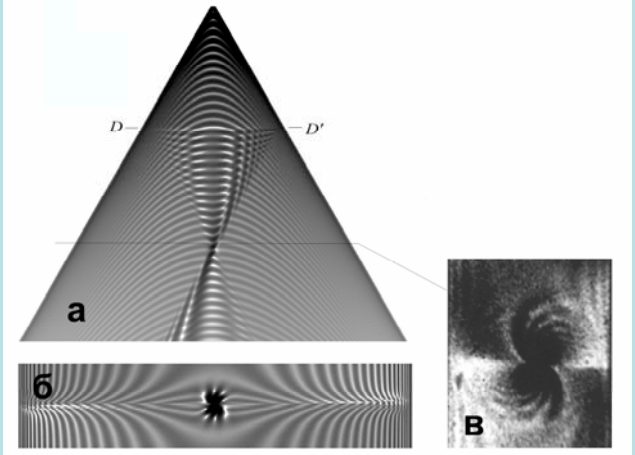
$|y| < ab$



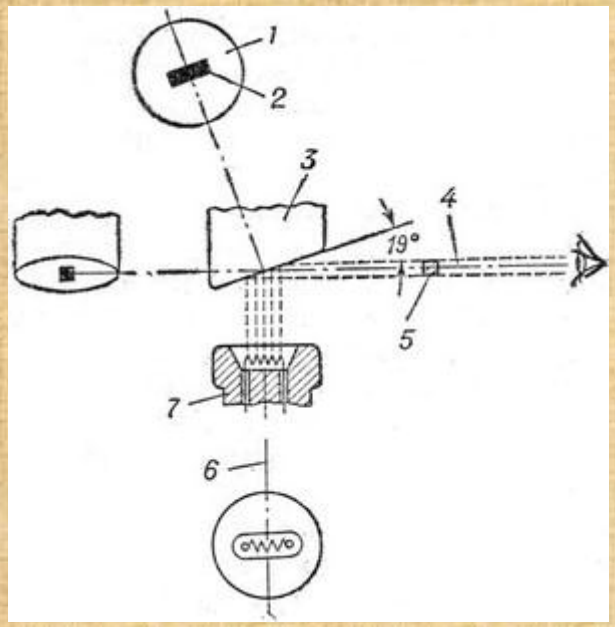


$|y| < cd$

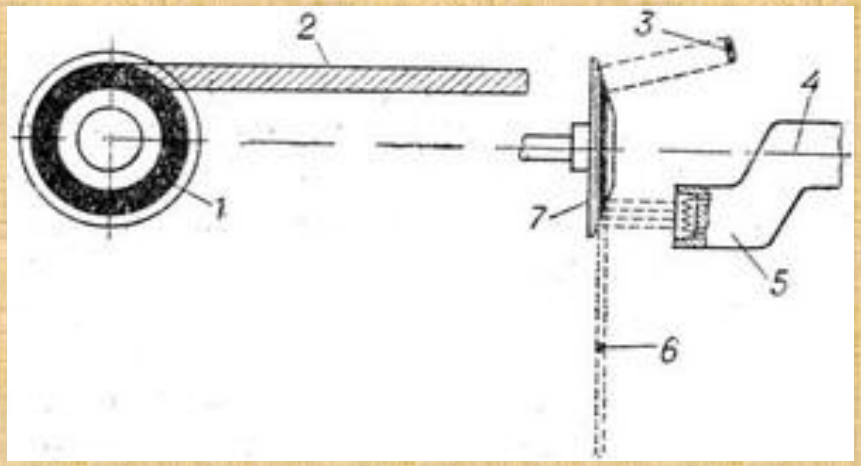
$|y| > ab$



Синхротронное излучение



Линейчатый фокус диагностической рентгеновской трубки:
1 — зеркало анода;
2 — действительный фокус;
3 — анод;
4 — центральный луч;
5 — оптический фокус;
6 — ось трубки;
7 — катод.

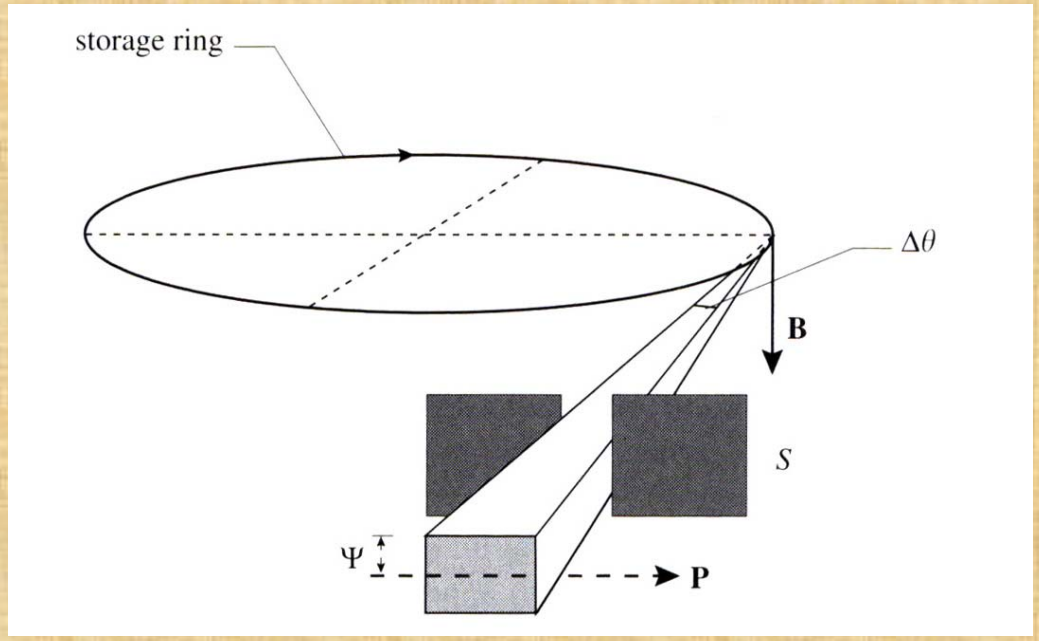


Фокус трубки с вращающимся дисковым анодом:
1 — действительный фокус;
2 — развертка действительного фокуса;
3 — мгновенный фокус;
4 — ось трубки;
5 - катод;
6 — оптический фокус;
7 — анод

НЕКОТОРЫЕ ТИПЫ МОЩНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ АППАРАТОВ С ВРАЩАЮЩИМИСЯ АНОДАМИ

Тип прибора	Размер фокуса, мм	Ток трубки, mA	Напряжение на трубке, кВ
RU-200P (Ригаку, Япония)	0,05x10	200	60
	0,5x1		
	0,01x1	10	60
	0,1x0,1		
RU-500 (Ригаку, Япония)	0,05x10	500	60
	0,5x1		
	0,015x2	45	60
	0,15x0,2		
RU-1000 (Ригаку, Япония)	0,1x10	1000	60
	1x1		
	0,015x2	65	60
	0,15x0,2		
GX-21 Marconi, Elliot	0,5x10	300	60
	0,1x1,0	40	60
АРТВА-5 (СССР)	0,5x5,0	200	50
	0,3x3,0		
АРТВА-2 (СССР)	0,2x2	80	60
	0,1x1		

Синхротронное излучение, испускаемое релятивистскими электронами, движущимися вдоль кольцевой орбиты



$$P = \frac{2}{3}\frac{e^2 c}{R^2}\cdot\left(\frac{v}{c}\right)^4 \gamma^4$$

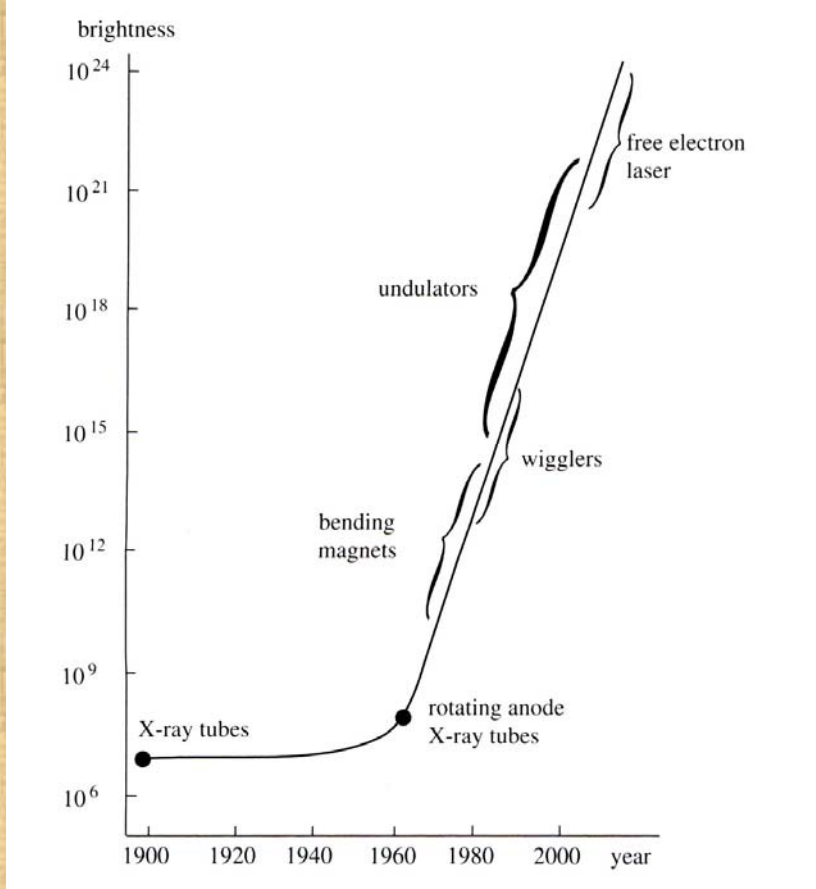
$$B = \frac{m\gamma c}{R\,\mathrm{e}} \qquad \gamma = \frac{E}{mc^2}$$

$$2\Psi \approx 2\gamma^{-1}$$

$$\lambda_c = \frac{4}{3}\pi R\gamma^{-3} \qquad b = 1.327\cdot 10^{13}\cdot E^2\cdot I\cdot H\left(\frac{\lambda_c}{\lambda}\right)$$

P- мощность рентгеновского излучения
R – радиус орбиты электронов
v – скорость электронов
E – энергия электронов
c – скорость света
B – напряженность магнитного поля
e – заряд электрона
m – масса электрона
P – направление вектора поляризации рентгеновского пучка
Ψ – вертикальная расходимость пучка

Яркость рентгеновских источников в фотонах ($сек^2 мм^2 мрад^2$), как функция времени



Winick H., (1998) J.Synchrotron Rad.,5, 168-76

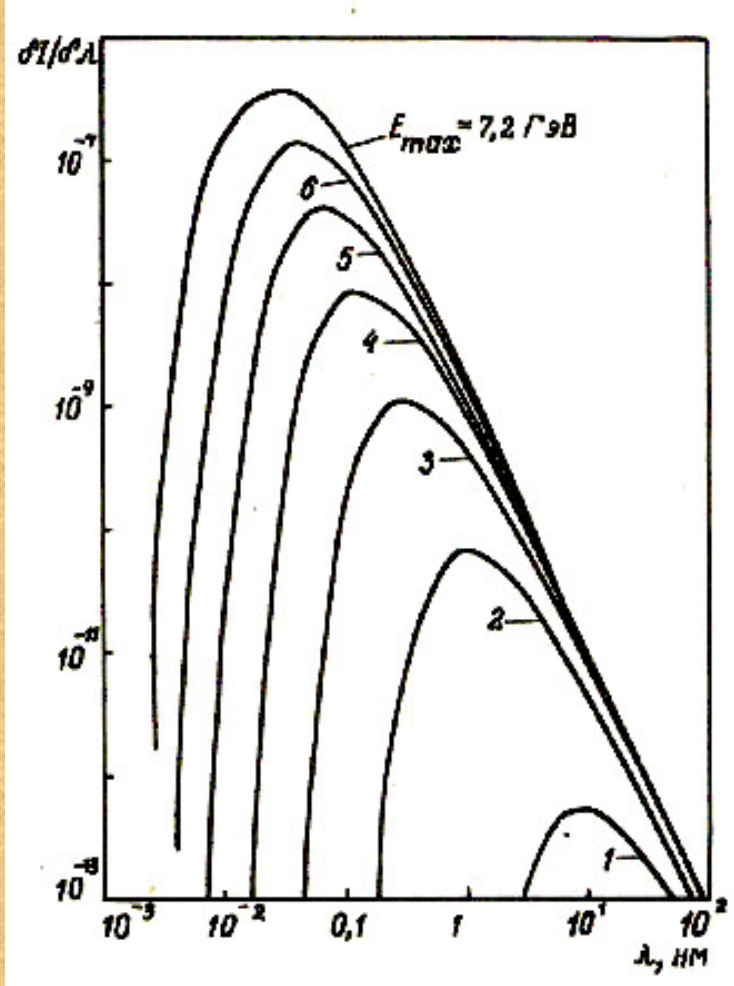
Действующие в мире синхротроны на 2005 год

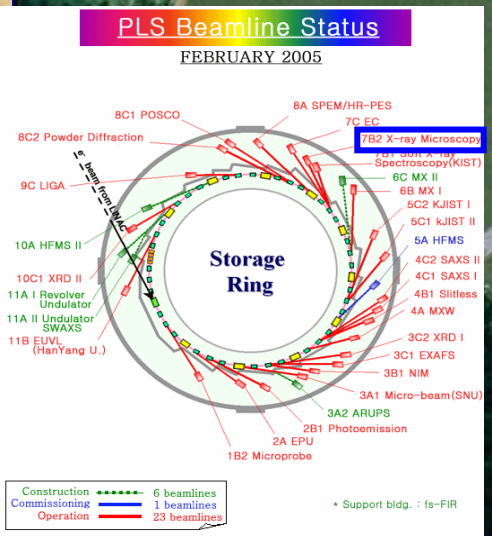
Местоположение	Учреждение
Европа	
Дания:	ISA (Орхус).
Франция:	LURE (Орсэ), Soleil (Орсэ).
Германия:	ANKA (Карлсруэ), Бесси (Берлин), DELTA (Дортмунд), ELSA (Бонн), HASYLAB (Гамбург).
Италия:	Электра (Триест).
Испания:	АЛЬБА (Барселона).
Швеция:	MAX (Лунд).
Швейцария:	SLS (PSI) (Филлиген).
Великобритания:	Diamond (Дидкот), SRS (Дейрсбери).
Америка	
Бразилия:	LNLS (Campinas SP).
Канада:	CLS (Саскатун).
США:	ALS (Беркли CA), APS (Аргоннской IL), CAMD (Baton Rouge LA), DFELL (Durham NC), CHESS (Итака Нью-Йорк), NSLS (Аптон NY), SRC (Madison WI), SSRL (Стэнфордский CA), SURF II (Gaithersburg MD).
Азия	
Китай (PR):	BSRF (Пекин), SSRF (Шанхай).
Индия:	INDUS 1 и 2 (Индоре).
Япония:	Фотон завод (Цукуба), Спринг-8 (Ниси Харима).
Россия:	SSRC (ИЯФ) (Новосибирск).
Южная Корея:	Пхохан Accelerator Лаборатория (Пхохан).
Тайвань:	ССПВ (Hsinchu).
Австралия	
Австралия:	Австралийский синхротрон (Мельбурн).

СИНХРОТРОНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ

Тип прибора	Энергия, ГэВ	Радиус орбиты, м	Максимальный ток, мА	Длина волны в максимуме спектрального распределения, нм	Расстояние до экспериментальной установки, м
DESY (Гамбург,ФРГ)	7,5	31,7	45	0,017	40
NINA (Даресбург.ФРГ)	5	20	25	0,038	47
SPREAK (Стенфорд.США)	2,7	12,7	200	0,15	14
O.C.I. (Орсэй.Франция)	1,8	4	500	0,16	14-24
DORIS(Гамбург.ФРГ)	3,5-1,7	12,4	20-600	0,068-0,55	40

Спектр излучения синхротрона DESY

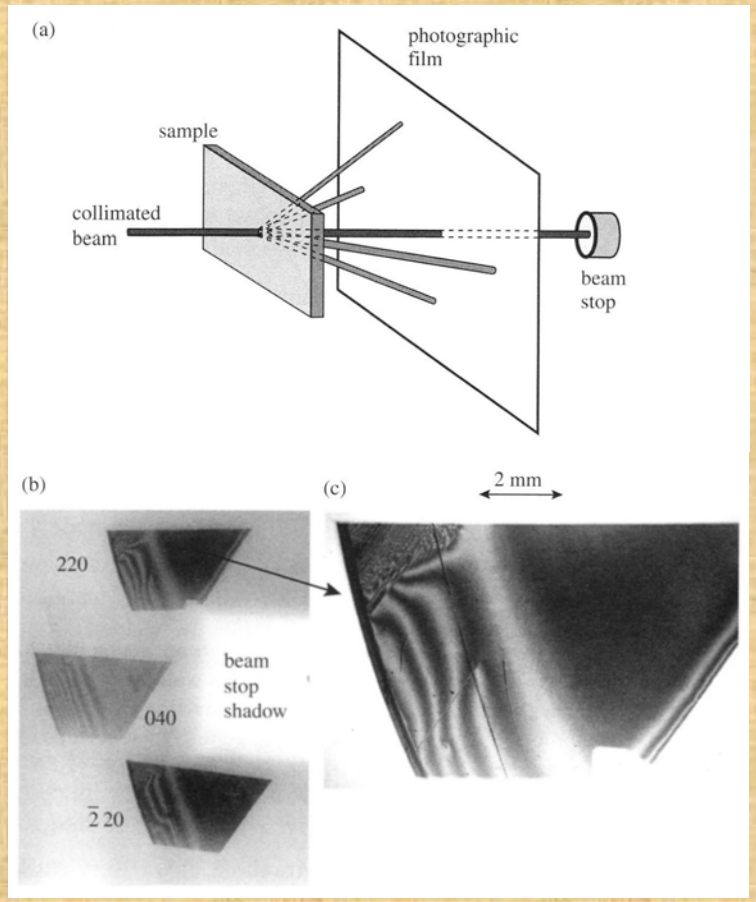




Pohang Light Source, Korea

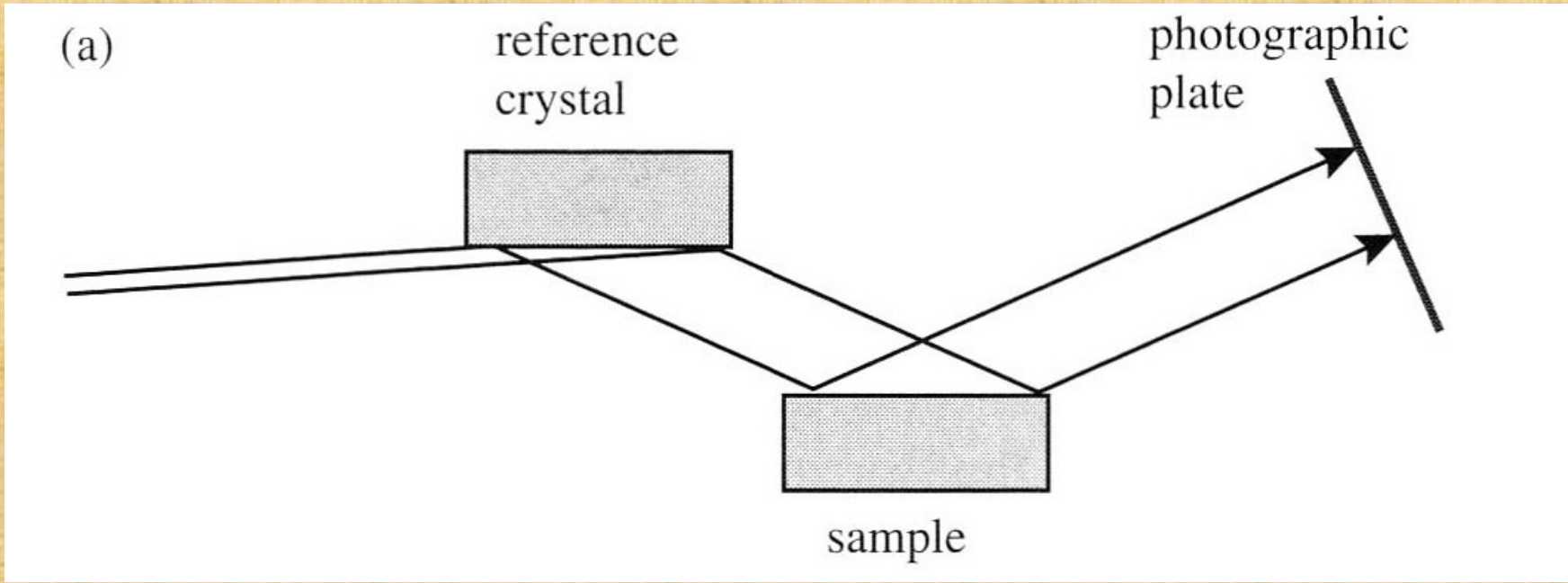
Топография в синхротронном белом пучке

(a) Схема получения топограмм; (b) топограммы кремниевой пластины (суперпозиция тонкого слоя Si на Si подложке с тонким оксидным слоем между ними, вызванным имплантацией кислорода); (c) Увеличение одного из пятен. Видны дислокации, царапины, муаровые полосы и полосы Pendellosung.



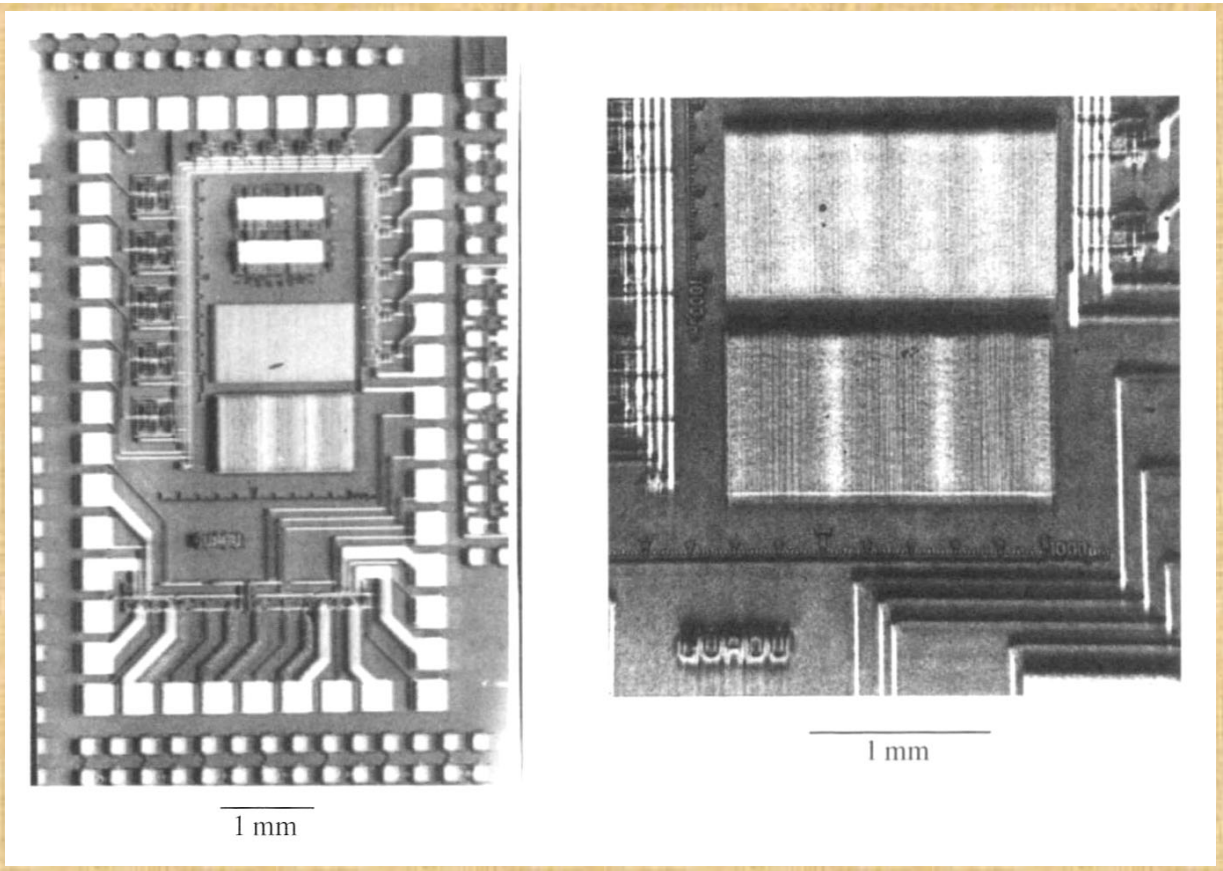
Ludwig W., Hartwig J. J.Appl. Cryst. (2001) 34, 602

Двухкристальнаяя топография в синхротронном пучке



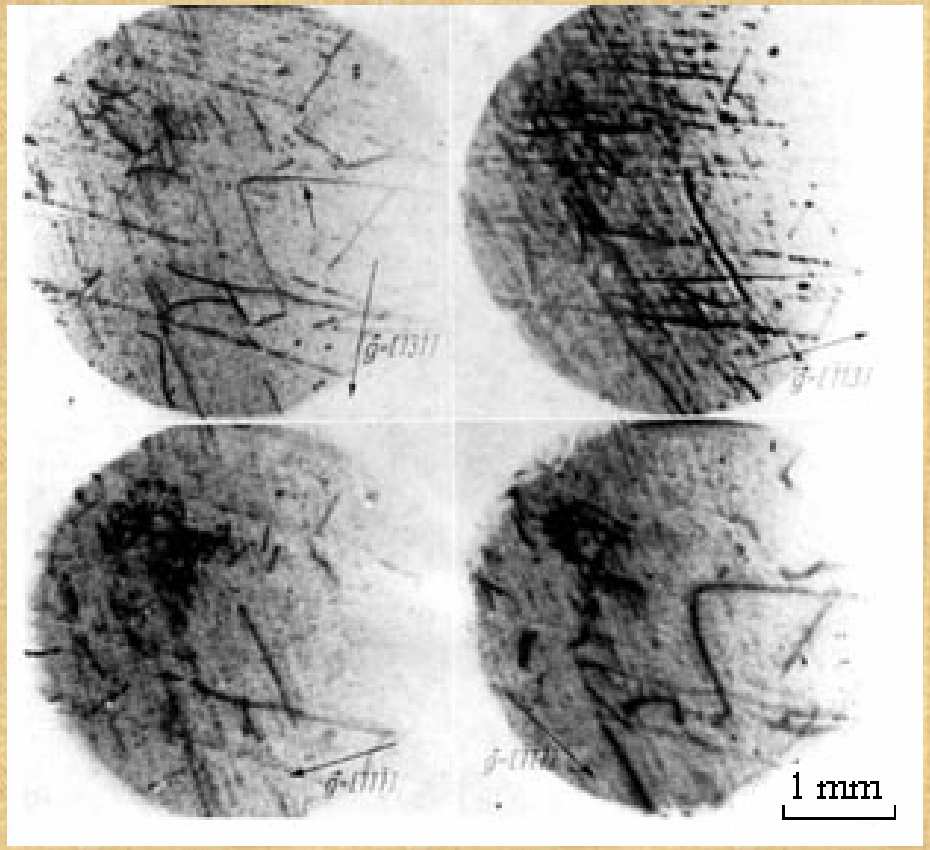
Двухкристальная высокоразрешающая рентгеновская топограмма интегральной схемы на кристалле кремния

Поверхность кристалла (111), отражающие плоскости $(4\bar{2}2)$, излучение CuKα. Тонкие вертикальные линии на правой увеличенной фотографии это металлизированные полоски шириной 1мкм.



Armstrong R.W., et al. Il Nuovo Cimento (1997),19D,147-152

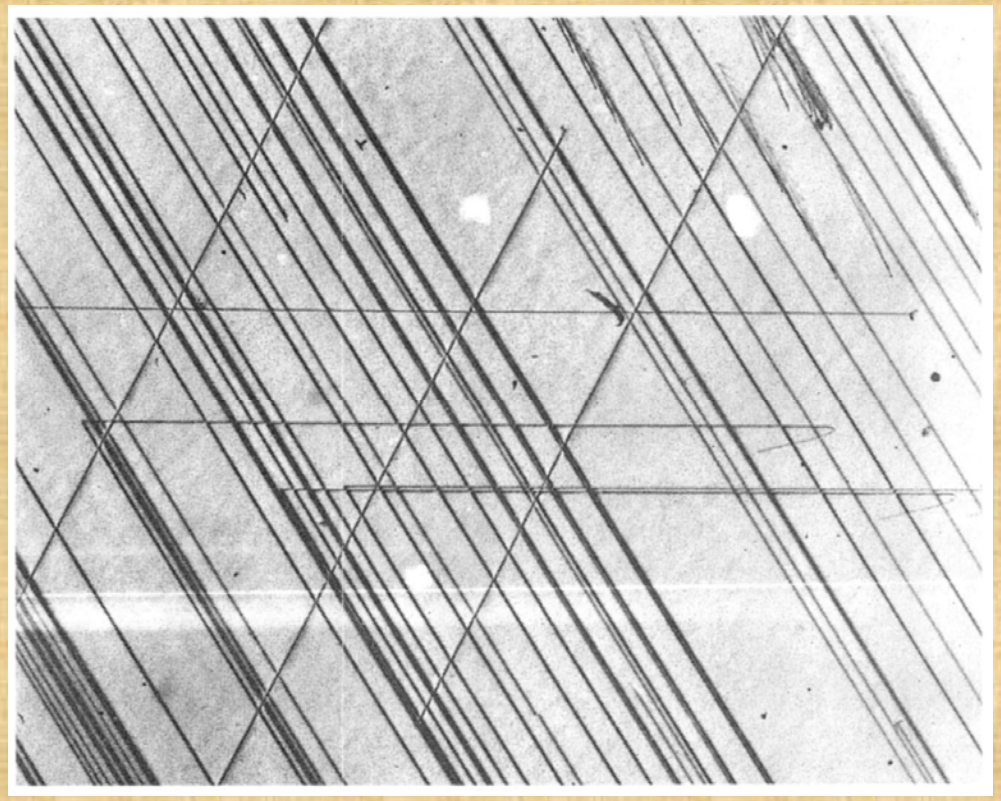
Четыре топограммы монокристалла кремния, полученные на синхротроне в белом пучке



Использованы отражения от плоскостей $(13\bar{1});(131);(111);(1\bar{1}1)$

Рентгеновская синхротронная топограмма высокого разрешения

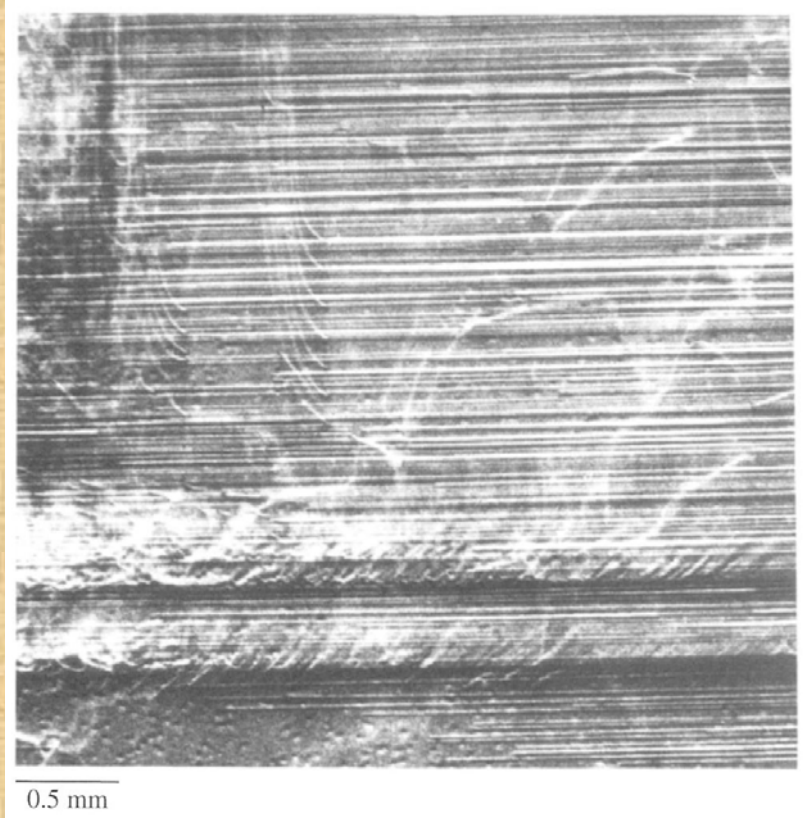
Наблюдаются дислокации несоответствия между эпитаксиальным слоем и подложкой. Кремний; 220. λ ≈ 1 Å; толщина кристалла 0.35 мм; μt ≈ 1.4.



Sauvage M., Petroff J.-F Plenum Press (1980), 607

Рентгеновская синхротронная топограмма гетероэпитаксиальной структуры $Ga_{1-x}Al_xAs_{1-y}P_y$ на GaAs подложке

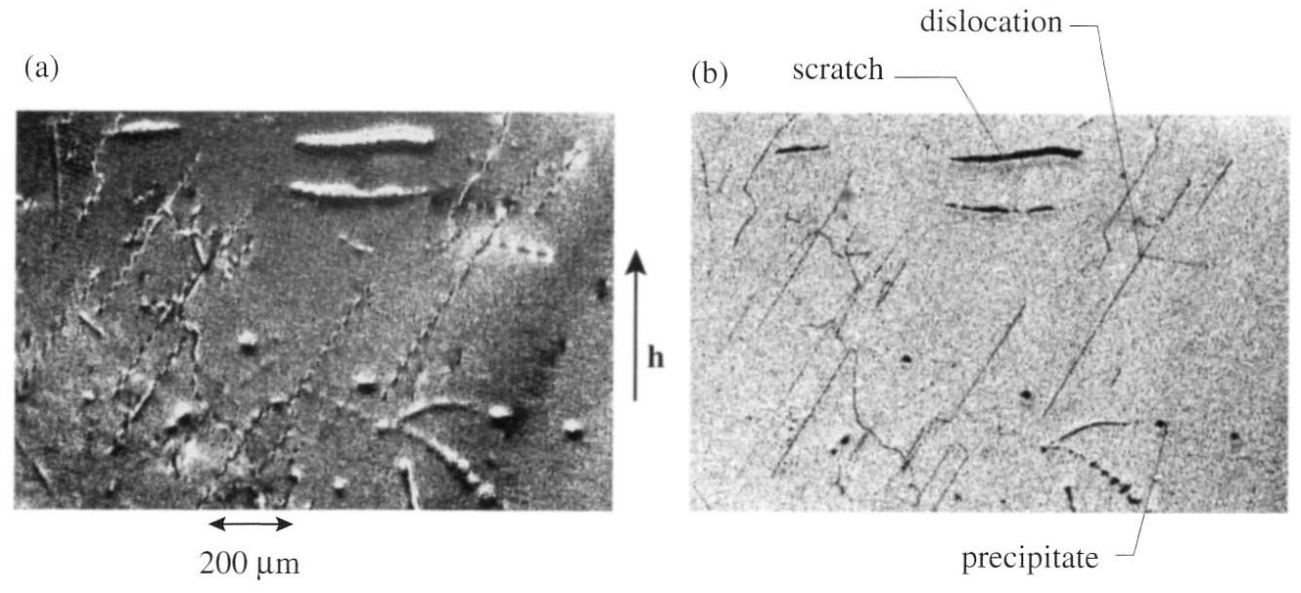
Отражение (220) и λ ≈ 1.3 Å. Эпитаксиальный слой толщиной 1.3 мкм, толщина подложки 342 мкм (μt ≈ 6.5).



Petroff J.-F., Sauvage M. Phil.Mag. (1980), A, 42, 319

Синхротронные двукристальные трансмиссионные топограммы кристалла германия

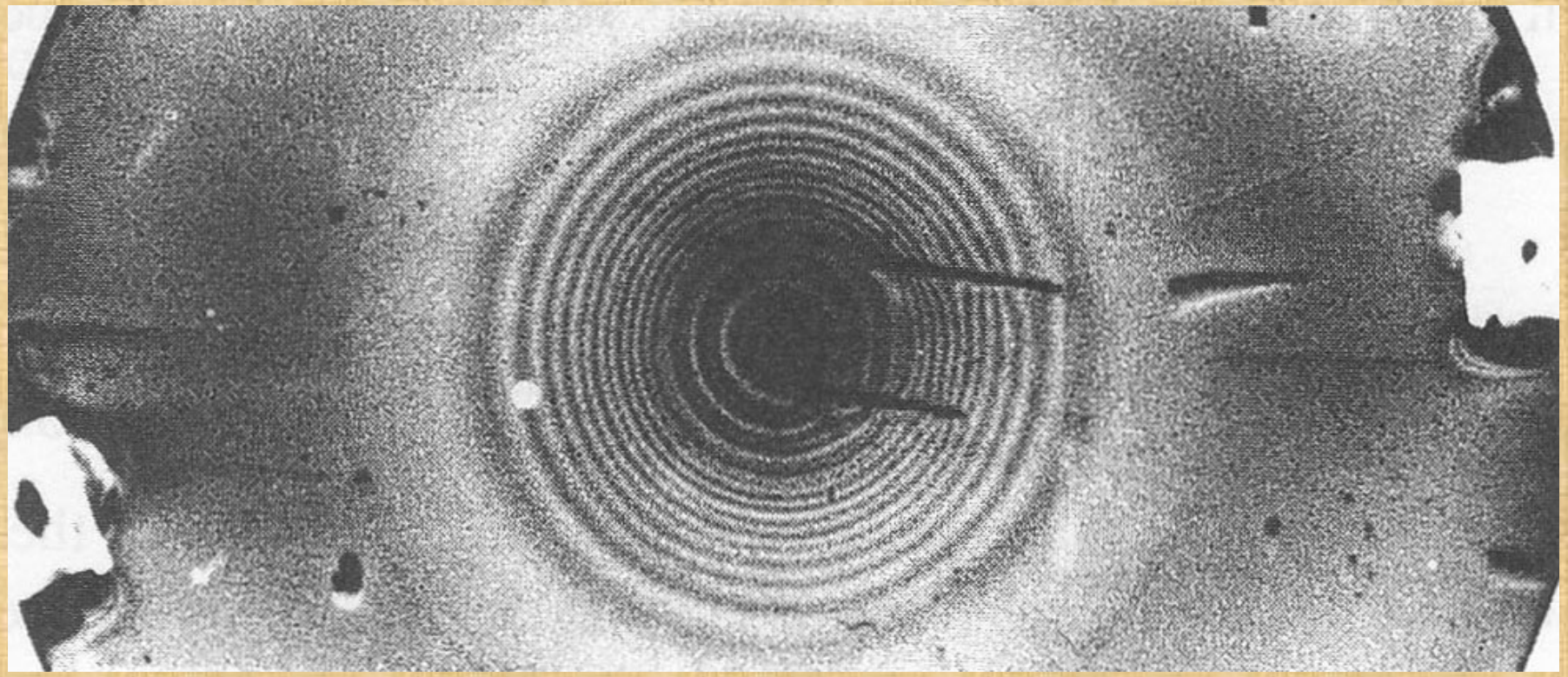
отражение (111); λ ≈ 0.35 Å; монохроматор – кристалл кремния (111).
Видны дислокации, царапины и выделения.
(a) топограмма с кристалла, установленного на вершине кривой качания. Динамическое и промежуточное изображения.
(b) Топограмма того же участка, снятая с кристалла, установленного на середине склона кривой качания. Изображения дислокаций сужаются и преобладают прямые изображения.



Baruchel J., Hartwig J. J.Synchrotron Rad. (2002), 9, 107

Стробоскопическая топография в синхротронном излучении

В центре кристалла приклеен кварцевый резонатор. Стробоскопия позволяет увидеть контуры равных напряжений ультразвуковых клебаниях кристалла



Zarka A., Capelle B., Detaint J., Schwartzel J. J.Appl.Cryst (1988), 21,967-971

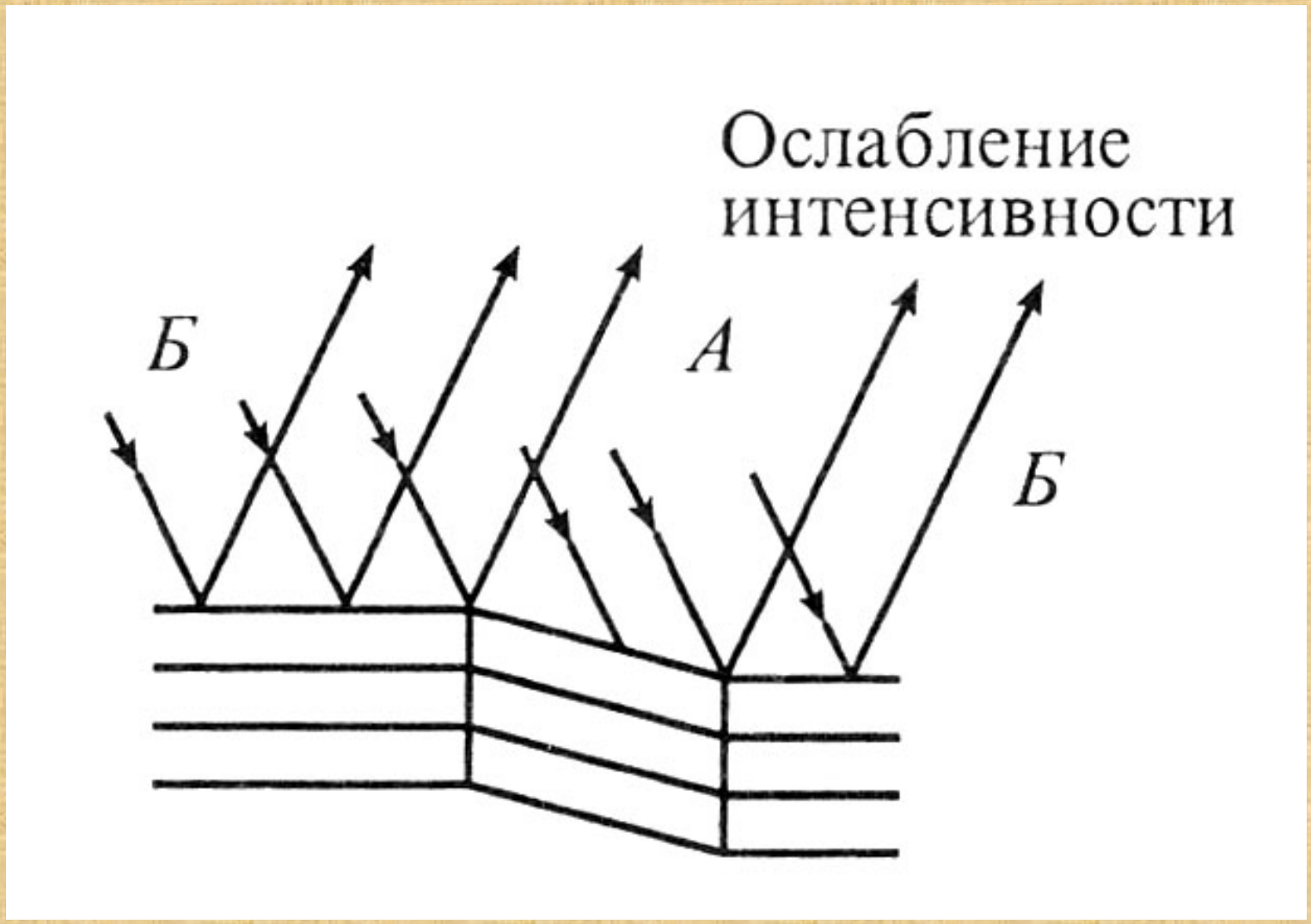
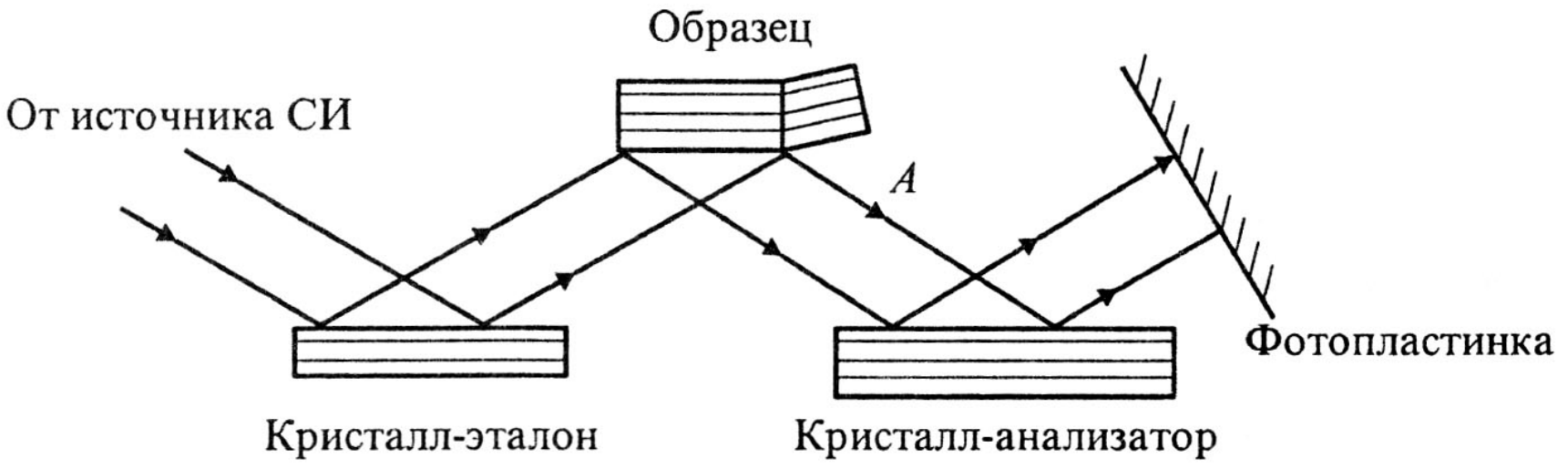

Ослабление
интенсивности
Б
А
Б

Схема расположения кристаллов в трехкристальной топографии



Схематическая диаграмма расположения кристаллов в трехосевой топографии.

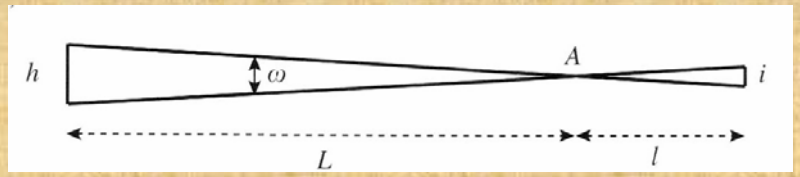
Du-Mond J. Phys.Rev. (1937), 52, 972
Renninger M. Advanced in X-ray Analysis (1967), 10, 32-41

Разрешение методов рентгеновской топографии составляет

$\approx 5-10$мкм

Пространственное разрешение на рентгеновской определяется суммой трех компанент – дифракционным уширением, уширением за счет размеров фокального пятна и наконец за счет спектрального уширения, т.е. .

$$\delta x_{\Sigma} = \delta x_D + \delta x_{\Delta\lambda} + \delta f$$



Дифракционное уширение дается соотношением

$$\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta$$

здесь

$$\Lambda = \frac{\lambda \cos\theta}{c\chi_H}$$

Геометрическое уширение или уширение за счет размеров фокального пятна источника определяется по формуле

$$\delta f = \frac{l}{L} \cdot \Delta x$$

Соответственно спектральное уширение равно

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D$$

где

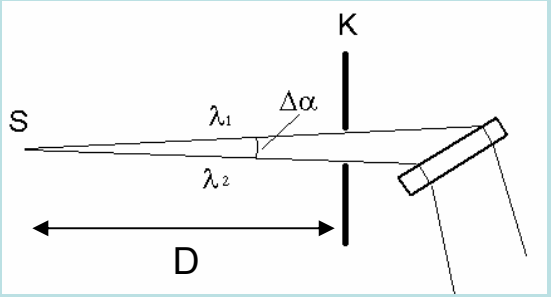
$$\delta\theta_D = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda}$$

1. Authier A., Dynamical Theory of X-Ray Diffraction, Oxford: Science Publications, 734 P, (2001)
2. Authier A., Bull.Soc.Franc.Mineral.Cryat., 84, P.51, P.115, (1961)
3. Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2000. №4, С.100,
4. Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2004. №9. С.64.
5. Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2005. №12. С.12.
6. Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов Э.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 1996. №7, С.32
7. Suvorov E.V., Polovinkina V.I., Nikitenko V.I., Indenbom V.L., Phys. Stat. Sol. (a), 26, 1, 385, (1974)
8. Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н., Кристаллография, 19, 1, 35, (1974)
9. Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш., Кристаллография, 19, 1, 42, (1974)
10. Takagi S., J. Phys.Soc.Japan, 26, 5, 1239, (1969)
11. Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш., Труни К.Г. ЖЭТФ 66, 1110, (1974)
12. Петрашень П.В., Чуховский Ф.Н. ЖЭТФ 69, 477, (1975)
13. Indenbom V.L., Slobodetskii I.Sh. Phys.Stat.Sol. (b) 71, 751, (1975)
14. Никитенко В.И., Ерофеев В.Н., Надгорная Н.М. Сб. Динамика дислокаций, Харьков: Физ.-техн. Институт низких температур ФН УССР, 1969, с.84
15. Ерофеев В.Н., Никитенко В.И., Половинкина В.И., Суворов. Э.В. // Кристаллография.. 16, 1. С.190 (1971)
16. Borrmann G., Lehmann K. // Z.Crystallogr. 1967, V.125, P.234.
17. Э.В.Суворов, И.А.Смирнова, Шулаков Е.В. //Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 1996. №7. С.32.
18. Э.В.Суворов, И.А.Смирнова, Е.В.Шулаков //Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2007. №9. С.1.

Всем спасибо
за внимание и терпение

Несколько примеров решения задач

Рассчитать необходимую ширину щели коллиматора для выделения $К_{\alpha 1}$ линии в методе Ланга. Исследуемый кристалл - кремний, а=5,4306Å; отражение (220); расстояние от источника до выходной щели коллиматора 450мм; источник - точечный. Длины волн $\lambda_{K\alpha 1}$=0,70926Å; $\lambda_{K\alpha 2}$=0,71354Å



Ширина щели, формирующая пучок, определяет величину расходимости падающего на кристалл пучка. Для того, чтобы исследуемый кристалл отражал только одну длину волны $\lambda_{K\alpha 1}$, необходимо, чтобы угловая ширина падающего на кристалл пучка была меньше углового интервала между отражениями $\lambda K_{\alpha 1}$ и $\lambda K_{\alpha 2}$ (см.рисунок).

Запишем условия Брэгга для этих длин волн $2d \cdot \sin\theta_1 = \lambda_{K\alpha 1}$ $2d \cdot \sin\theta_2 = \lambda_{K\alpha 2}$

Отсюда легко найти разницу между угловыми положениями θ_1 и θ_2 т.е.

$$2d\cos\theta \cdot \delta\theta = \delta\lambda \qquad \delta\theta = \frac{\delta\lambda}{2d\cos\theta} = \frac{\delta\lambda}{\cos\theta \cdot \lambda / \sin\theta} \qquad \delta\theta = \frac{\delta\lambda}{\lambda} \cdot tg\theta$$

Следовательно, угловая и линейная ширина щели соответственно равны

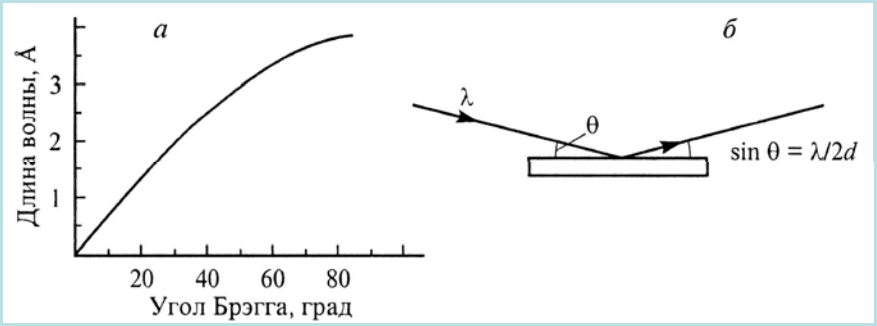
$$\Delta\alpha \approx \delta\theta = \theta_2 - \theta_1 \qquad \Delta = \Delta\alpha \cdot D$$

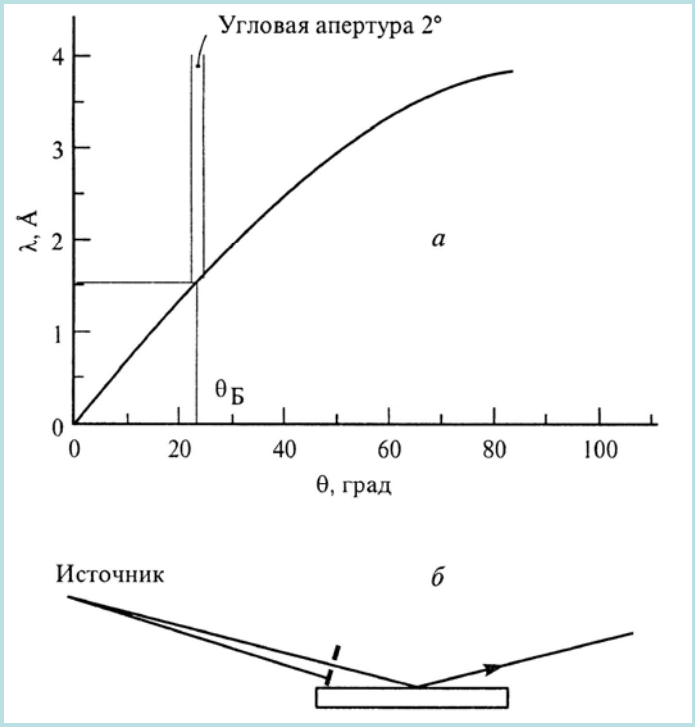
Определяя значение тангенса угла Брэгга и подставляя его в приведенное выше выражение, получим

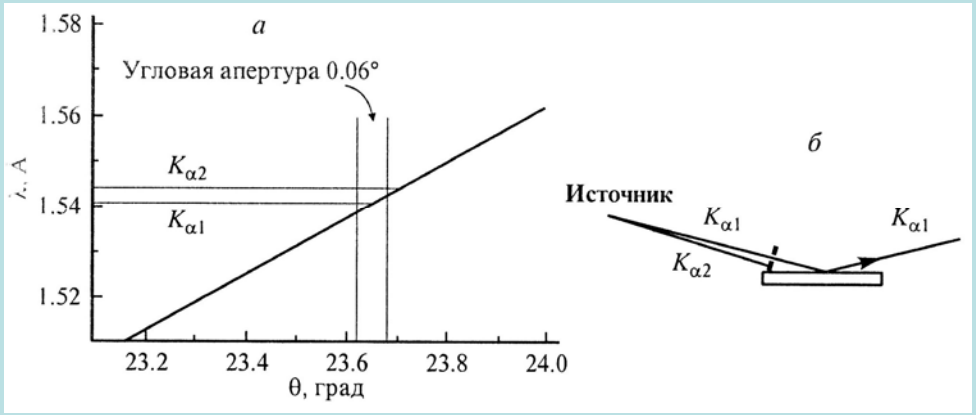
$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\cos\theta} = \frac{0.711\sqrt{2}}{5.4306\sqrt{1-\left(0.711\sqrt{2}/5.4306\right)^2}} = 0.188$$

и, следовательно, ширина щели равна $\Delta = \frac{(0.71354 - 0.709926)}{0.711} \cdot 0.188 \cdot 450 = 0.509mm$

То же самое используя диаграммы Дю-Монда







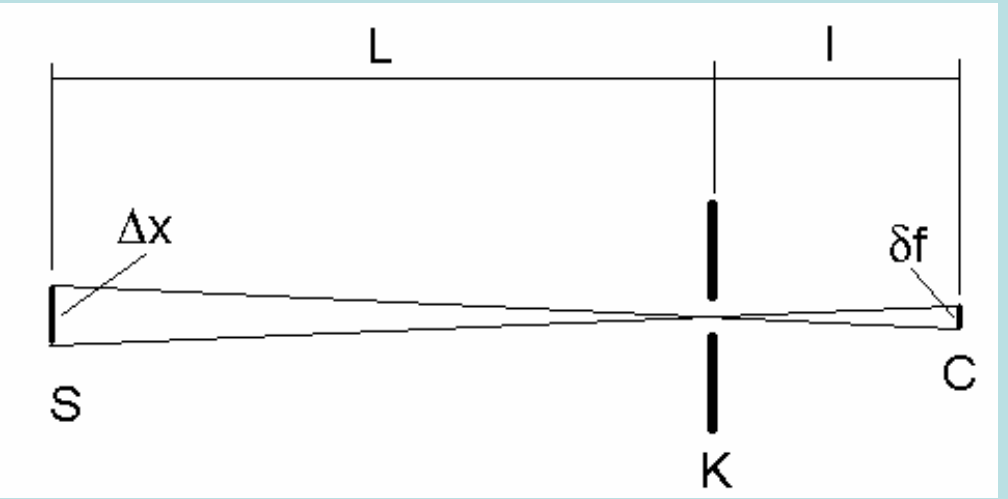
DuMond J.W. Phys. Rev. (1937), 52, p.872

Оценить пространственное разрешение на рентгеновской топограмме снятой по методу Ланга. Излучение MoKα1 (λ=0,70926Å), расстояние образец - фотопластинка l=10мм, размеры источника Δx=30мкм, расстояние источник - щель L=450мм, используемое отражение (220), фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$.

$$\delta x_{\Sigma} = \delta x_D + \delta x_{\Delta\lambda} + \delta f$$

1. $\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta$ $\quad \Lambda = \dfrac{\lambda \cos\theta}{c\chi_H}$

2. $\delta f = \dfrac{l}{L} \cdot \Delta x$



3. $\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D$ $\quad \delta\theta_D = tg\theta \cdot \dfrac{\delta\lambda}{\lambda}$

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

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

$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\sqrt{1 - \sin^2\theta}}$$

$$\sin\theta = \frac{0,711 \cdot \sqrt{2}}{5,4306} = 0,185$$

$$tg\theta = \frac{0,185}{\sqrt{1 - (0,185)^2}} = 0,188$$

1. **Дифракционное разрешение (размытие)**

$$\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta = 31,44 \times 0,188 = 5,911\text{мкм}$$

2. **Спектральное уширение (размытие)**

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D$$

$$\delta\theta_D = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda} = 0,188 \cdot 0,006 = 1,128 \cdot 10^{-3}$$

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{0,71354 - 0,70926}{0,711} = 0,006$$

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D = 10 \cdot 1,128 \cdot 10^{-3} = 11,28\text{мкм}$$

3. **Геометрическое уширение (размытие)**

$$\delta f = \frac{l}{L} \cdot \Delta x = \frac{10}{450} \cdot 10 = 0,222\text{мкм}$$

$$\delta x_\Sigma = \delta x_D + \delta x_g + \delta f = 5,9 + 11,3 + 0,2 = 17,4\,\mu m$$

Какой контраст (экстинкционный или борматовский) будет наблюдаться на топограмме монокристалла кремния толщиной 900мкм на отражении (220) на излучении а) - MoKα1 - $\chi_{oi} = 0,0162$

б) - CuKα1 - $\chi_{oi} = 0,351$

μt

$\mu t \le 1$ экстинкционный

$\mu t >> 1$ бормановский

$$\mu_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_{i0}$$

$а) - MoK_\alpha$

$$\mu t = \frac{2\pi(0,0162)\cdot 10^{-6}}{0,711} \cdot 9 \cdot 10^7 = 1,432 \cdot 10^{-7} \cdot 9 \cdot 10^7 = 12,888$$

$б) - CuK_\alpha$

$$\mu t = \frac{2\pi(0,351)\cdot 10^{-6}}{1,54} \cdot 9 \cdot 10^7 = 1,432 \cdot 10^{-6} \cdot 9 \cdot 10^7 = 128,88$$

Определить количество экстинкционных полос которое будет наблюдаться на топограмме кристалла кремния с клиновидным срезом на краю. Толщина кристалла 450 мкм, поверхность кристалла перпендикулярна вектору [111], топограмма снята на отражении (220) перпендикулярном поверхности кристалла на излучении $MoK_{\alpha 1}$ (λ=0,70926Å). Фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния a=5,4306Å.

$$n = \frac{t}{\Lambda}$$

t – толщина кристалла, а Λ - экстинкционная длина.

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cos\theta}{c\sqrt{\chi_H \chi_{\bar{H}}}}$$

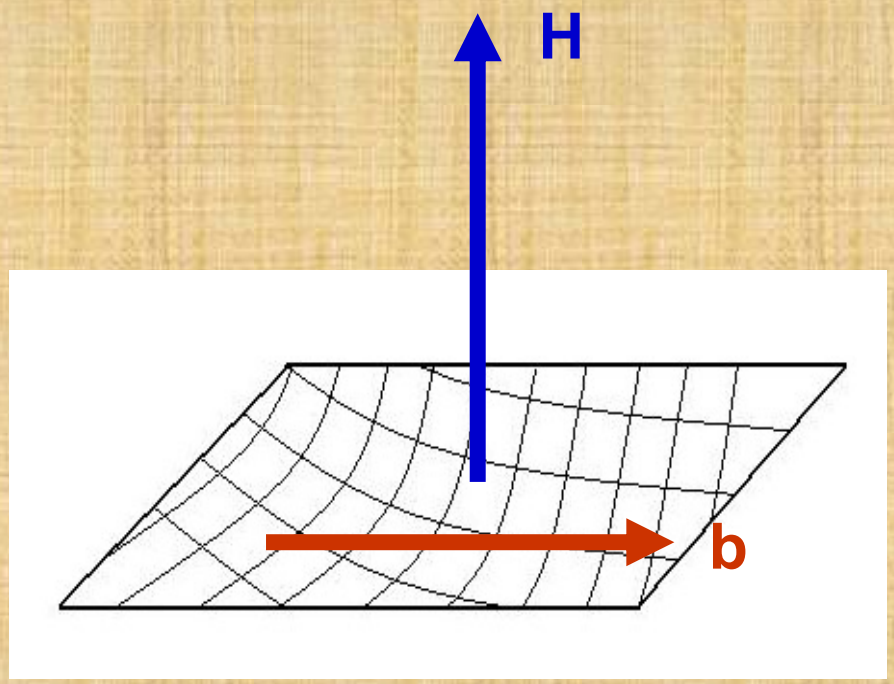
$$\cos\theta = \sqrt{1 - \frac{0.711^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.902$$

$$\Lambda = 0.711 \frac{0.902}{2.04 \cdot 10^{-6}} = 3.144 \cdot 10^5 \text{ Å} = 3.144 \cdot 10^{-5} \text{ м} = 31,44 \text{мкм}$$

$$n = \frac{t}{\Lambda} = \frac{450}{31.44} = 14.3$$

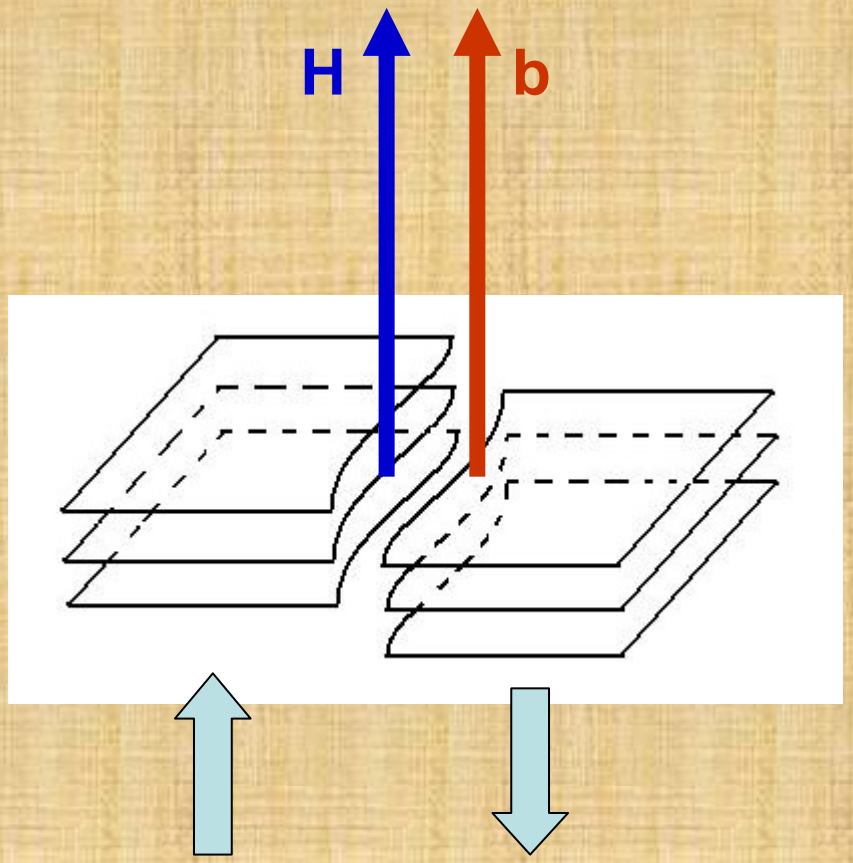
На рентгеновской топограмме кристалла с входной поверхностью (111), полученной по методу Ланга, наблюдаются прямолинейные дислокации. Они лежат в плоскости $(\bar{1}11)$ вдоль направления $[0\bar{1}1]$. Изображение гаснет при отражении от системы плоскостей $(\bar{4}22)$. Определить тип этих дислокаций.

Общее правило рентгеновской топографии



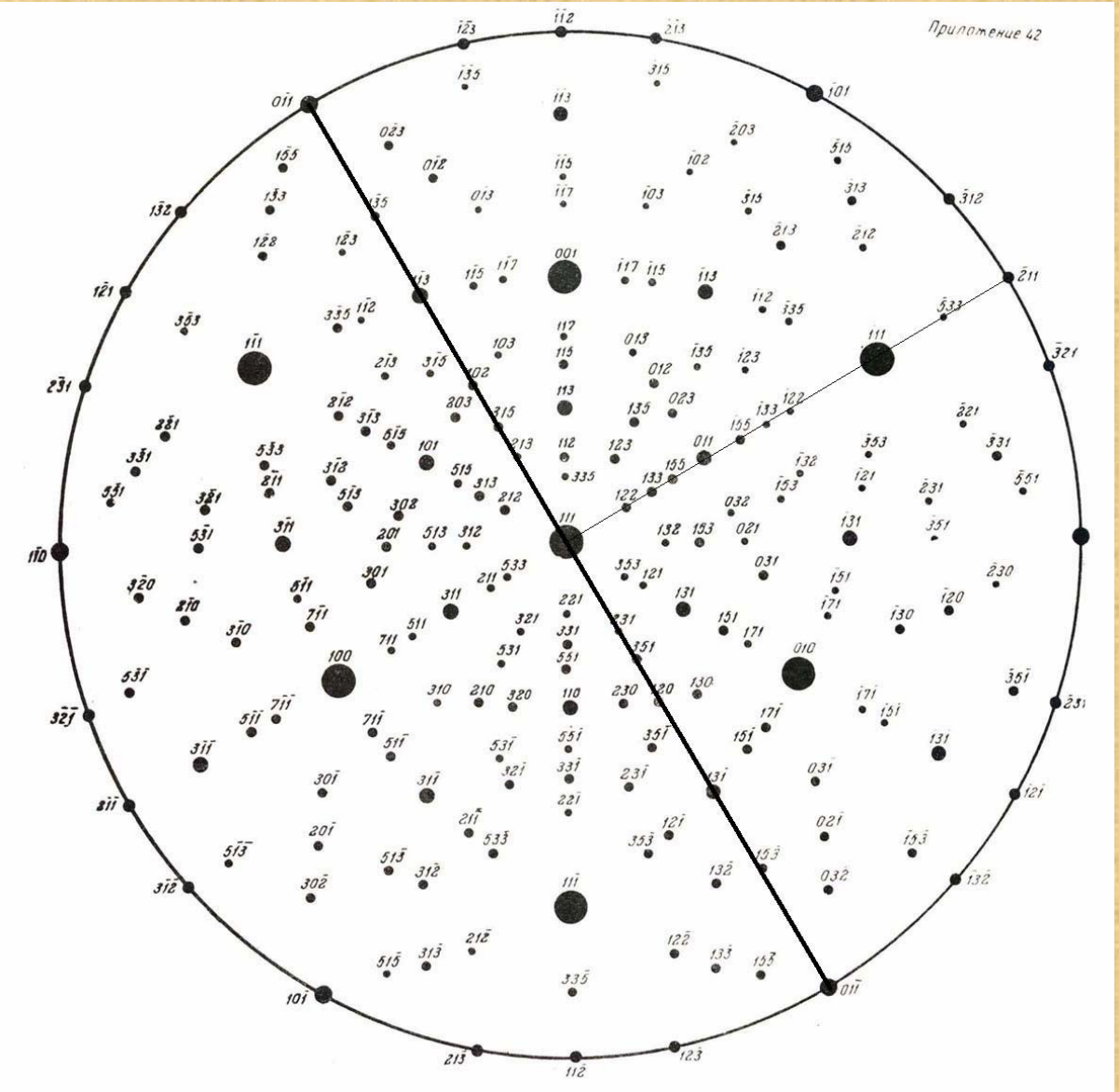
$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 0$$

Изображение дефекта погашено
(контраст минимальный или отсутствует)



$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 1$$

Изображение дефекта наблюдается
(контраст максимальный)


Приложение 42

Погасание контраста происходит в случае если скалярное произведение вектора дифракции на вектор Бюргерса равно нулю т.е.

$$(\mathbf{gb}) = g_x b_x + g_y b_y + g_z b_z = 0$$

Подставляя в это соотношение координаты вектора дифракции

$$\mathbf{g} \to g_x = \bar{4}; g_y = 2; g_z = 2$$

можно определить возможные координаты вектора Бюргерса

$$\mathbf{b} \to b_x = 0; b_y = \bar{1}; b_z = 1$$

$$(\mathbf{gb}) = (-4)\cdot 0 + 2(-1) + 2\cdot 1 = 0$$

Следовательно, возможный тип дислокаций это винтовые дислокации.

II. Физические основы электронной микроскопии высокого разрешения

(ИЗБРАННЫЕ ГЛАВЫ)

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Методы исследования реальной структуры кристаллов

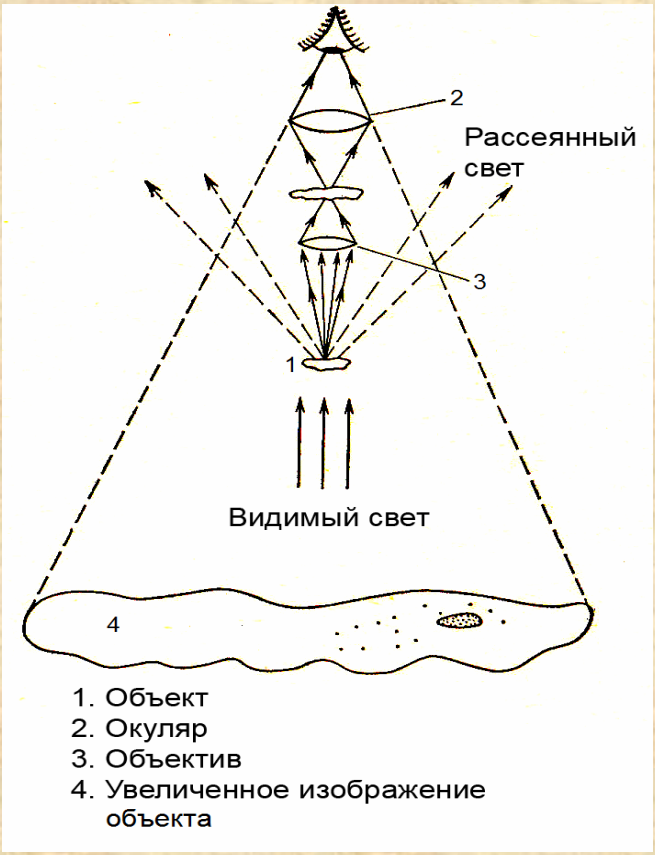
Интегральные методы исследования реальной структуры кристаллов

1. Изучение формы дифракционных рефлексов
2. Изучение диффузного рассеяния

Прямые методы наблюдения и изучения дефектов в кристаллах

1. Рентгеновская дифракционная микроскопия (топография)
2. **Электронная микроскопия на просвет (TEM, HREM)**
3. Сканирующая ЭМ (SEM)
4. Рентгеновский микроанализ
5. Дифракционные методы исследования поверхности

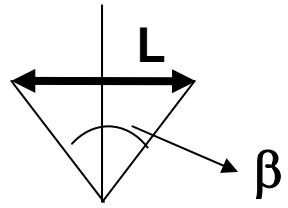
Аналогии между световым (электронным) микроскопом и дифракцией рентгеновских лучей



$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}$$

A-числовая апертура

$$A = n \cdot \sin\beta$$



β-апертурный угол или апертура

Микроскопия

Видимый свет λ~0,4-0,7мкм

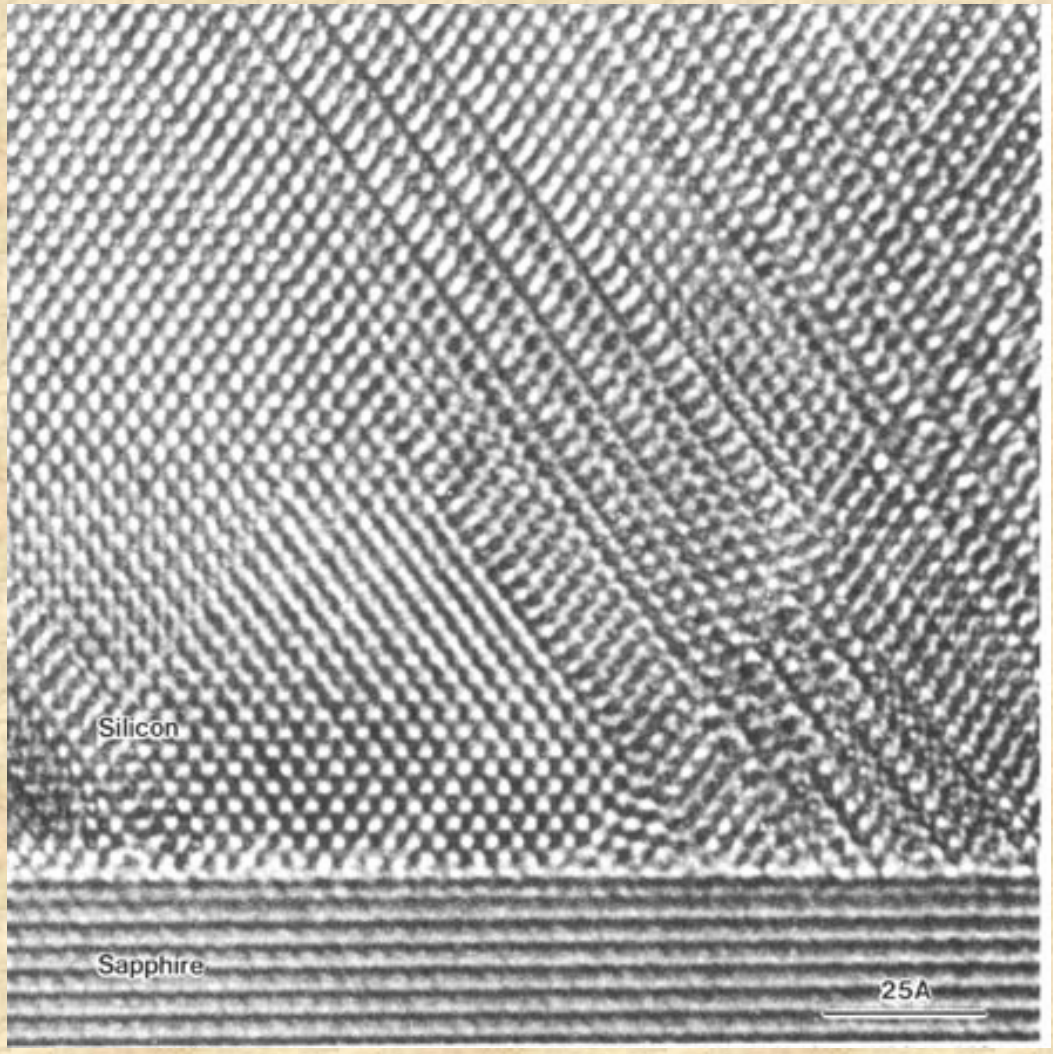
Электроны с энергией ~100 kV λ~0,04 Å

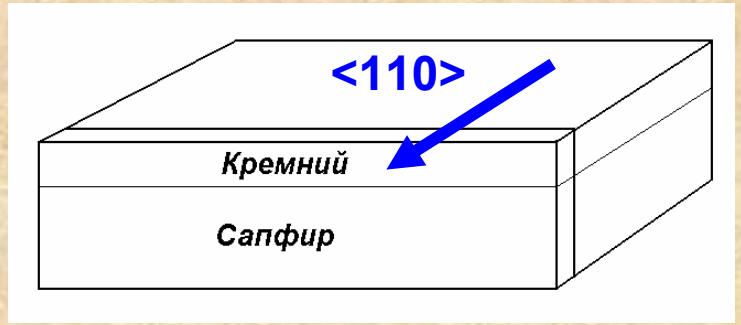
Структурный анализ

Рентгеновское излучение λ~1 Å

$$n = \sqrt{1+\chi}$$

$$\chi \approx 10^{-6}$$





ЭМ изображение высокого разрешения поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. Ось <110> решетки кремния параллельна оптической оси микроскопа

Успехи в области теоретической и экспериментальной физики напрямую связаны с открытием электрона и с его свойствами.

1897 - J.Thomson - открытие катодных лучей, электронов, определение их заряда и массы.

Это во-первых привело к созданию основ электронной оптики.
1926 - H.Busch взаимодействия электронных пучков с магнитными полями и открытие магнитной фокусировки.

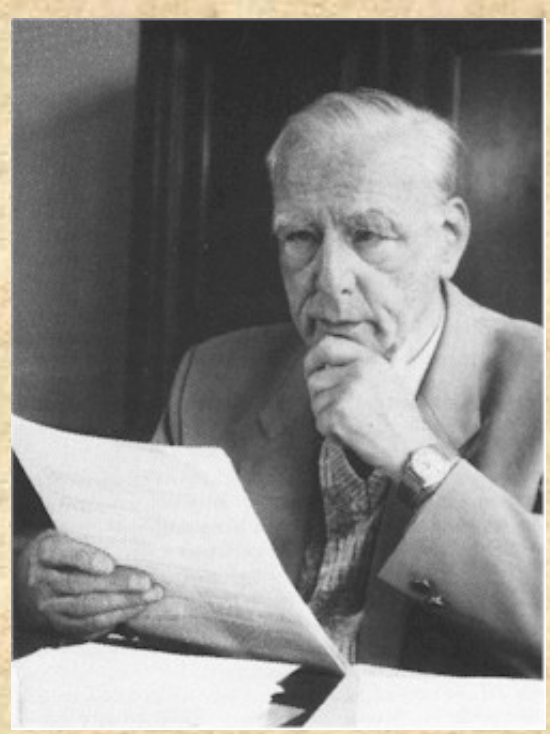
С другой стороны была предсказана волновая природа материи, высказанная в 1924 году Луи де Бройлем и экспериментально подтвержденная в 1927 году К. Дэвиссоном и Л. Джермером в США и Дж. Томсоном в Англии.

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

1931 - M.Knoll, E.Ruska была предложена идея электронного микроскопа
1932 - M.Knoll, E.Ruska создали первый электронный микроскоп

В 1931 году Р. Руденберг получил патент на просвечивающий электронный микроскоп.

Э. Руска за данный вклад в науку стал лауреатом Нобелевской премии по физике за 1986 год !!!!!!



Эрнст Август Руска; (25 декабря 1906, Гейдельберг — 27 мая 1988, Берлин) — создатель электронного микроскопа.

Нобелевская премия по физике за 1986 год за фундаментальные работы по электронной оптике и создание первого электронного микроскопа. Электронный микроскоп Руски нашел применение в самых различных областях науки, в т. ч. при исследовании металлов, вирусов, белковых молекул и других биологических структур.

Самый первый электронный микроскоп, разработанный Руской и Кноллем в 1931 г., состоял из двух последовательно расположенных магнитных линз. При 15-кратном увеличении этот прибор был значительно менее мощным, чем современные оптические микроскопы, но именно он позволил установить основной принцип электронной микроскопии. В 1933 г. Р. построил вариант электронного микроскопа, разрешающая способность которого позволяла определять детали размером в 500 ангстремов исследователям удалось изучать детали в десять раз меньшие, чем те, которые способны разрешать самые мощные оптические микроскопы. После защиты докторской диссертации в 1933 г. Руска становится сотрудником телевизионной компании в Берлине и занимается усовершенствованием технологии производства телевизионных трубок. В 1937 г. он в должности инженера-электрика фирмы Siemens принимает участие в разработке первого в мире коммерческого массового электронного микроскопа. Этот прибор с разрешающей способностью в 100 ангстремов впервые поступил на рынок в 1939 г.

1897 - J.Thomson - открытие катодных лучей, электронов, определение их заряда. **Дж.Томпсон получил в 1906 г. Нобелевскую премию по физике** «в знак признания его выдающихся заслуг в области теоретических и экспериментальных исследований проводимости электричества в газах».

1924 - L.de-Broglie, открытие волновой природы материи. **Лауреат Нобелевской премии в области физики 1929г.**

1926 - H.Busch – исследование взаимодействия электронных пучков с магнитными полями и открытие магнитной фокусировки

1927 - C.Davisson, L.Germer, G.Thomson - экспериментальное открытие явления дифракции электронов. **В 1937 году Дэвиссон получил Нобелевскую премию за экспериментальное подтверждение предсказанных Луи Де-Бройлем волн материи.**

1928 - H.Bethe - создание теории динамической дифракции электронов

История вопроса

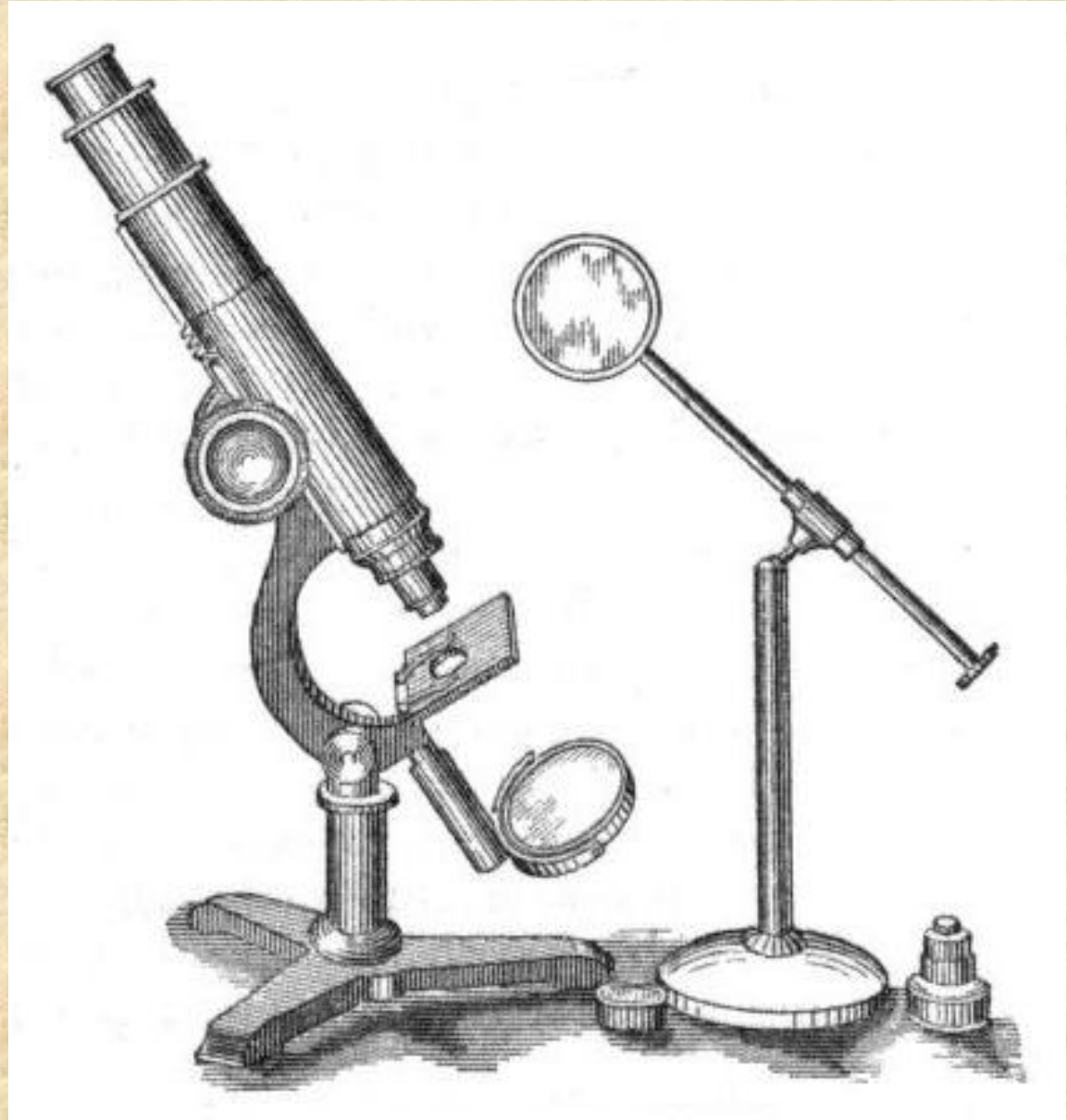
Невозможно точно определить, кто изобрёл микроскоп. Считается, что голландский мастер очков Ханс Янссен и его сын Захария Янссен изобрели первый микроскоп в 1590, но это было заявление самого Захария Янссена в середине XVII века. Дата, конечно, не точна.

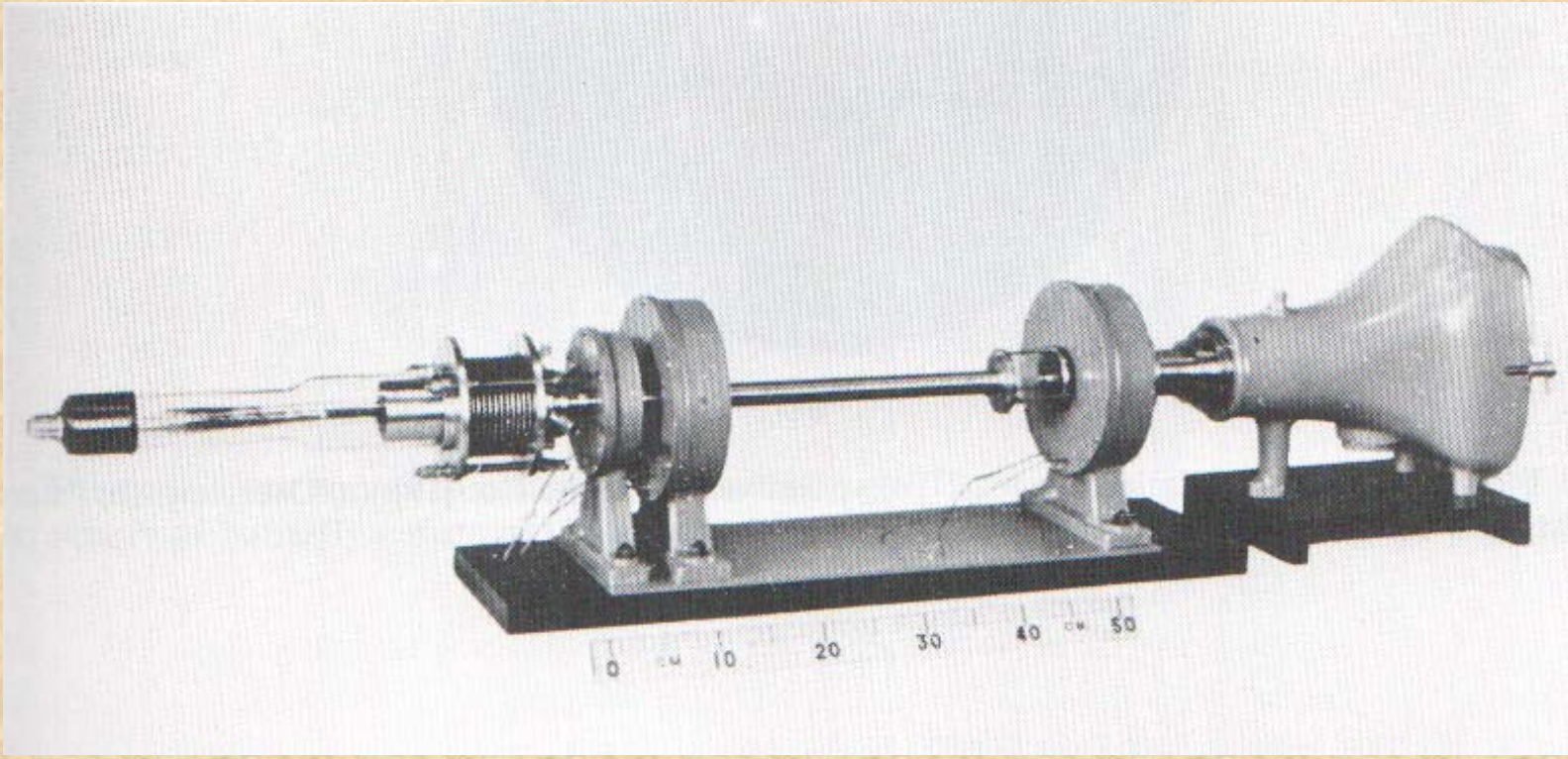
Другим претендентом на звание изобретателя микроскопа был Галилео Галилей. Он разработал «occhiolino» («оккиолино»), или составной микроскоп с выпуклой и вогнутой линзами в 1609 г. Галилей представил свой микроскоп публике в Академии де Линчеи, основанной Федерико Чези в 1603 г. Изображение трёх пчел Франческо Стеллути было частью печати Папы Урбана VIII и считается первым опубликованным микроскопическим символом (см. «Stephen Jay Gould, The Lying stones of Marrakech, 2000»).

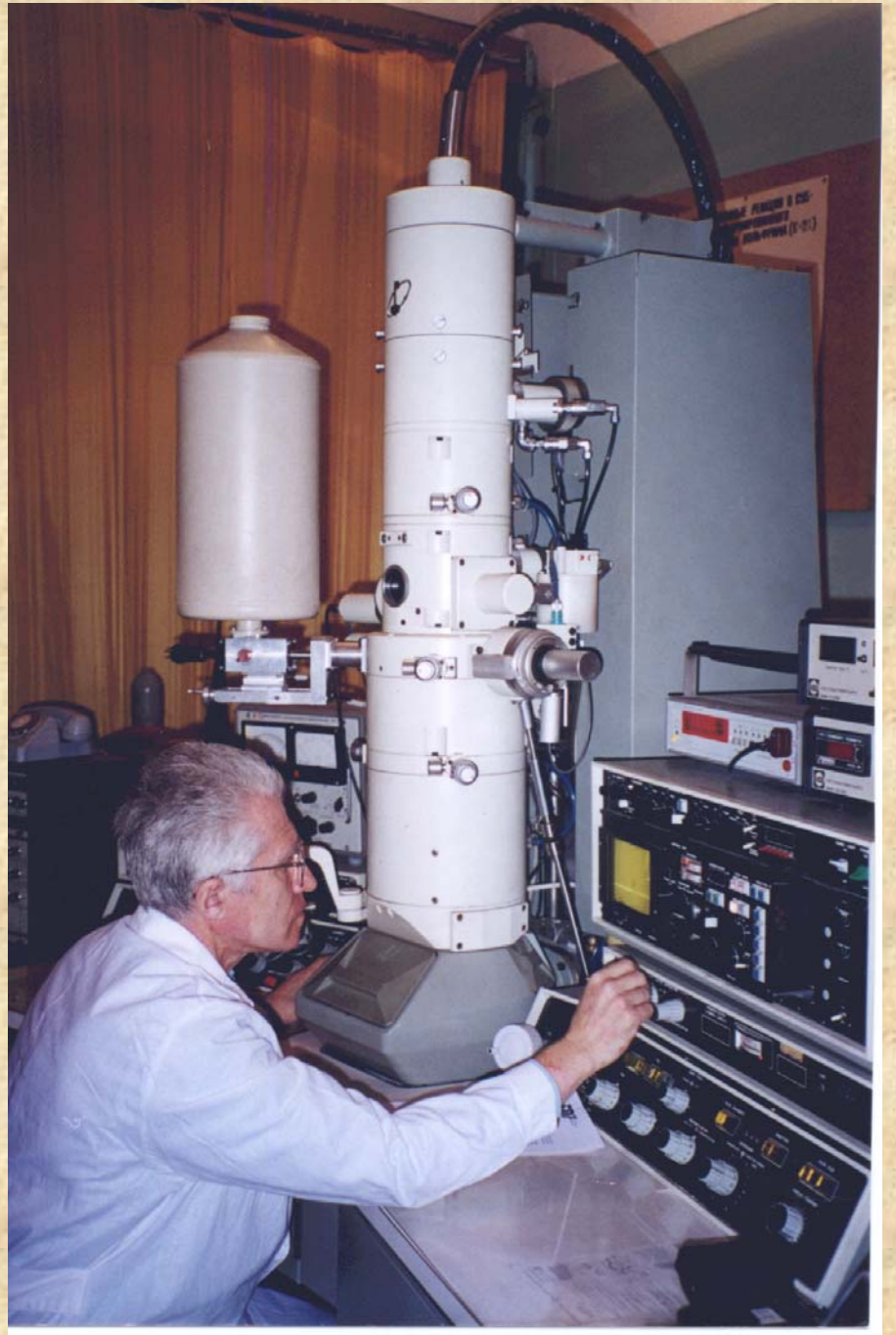
Кристиан Гюйгенс, другой голландец, изобрел простую двулинзовую систему окуляров в конце 1600-х, которая ахроматически регулировалась и, следовательно, стала огромным шагом вперед в истории развития микроскопов. Окуляры Гюйгенса производятся и по сей день, но им не хватает широты поля обзора, а расположение окуляров неудобно для глаз по сравнению с современными широкообзорными окулярами.

Антон Ван Левенгук (1632—1723) считается первым, кто сумел привлечь к микроскопу внимание биологов, несмотря на то, что простые увеличительные линзы уже производились с 1500-х годов, а увеличительные свойства наполненных водой стеклянных сосудов упоминались ещё древними римлянами (Сенека). Изготовленные вручную, микроскопы Ван Левенгука представляли собой очень небольшие изделия с одной очень сильной линзой. Они были неудобны в использовании, однако позволяли очень детально рассматривать изображения лишь из-за того, что не перенимали недостатков составного микроскопа (несколько линз такого микроскопа удваивали дефекты изображения). Понадобилось около 150 лет развития оптики, чтобы составной микроскоп смог давать такое же качество изображения, как простые микроскопы Левенгука. Так что, хотя Антон Ван Левенгук был великим мастером микроскопа, он не был его изобретателем вопреки широко распространённому мнению.

Микроскоп - 1875 год




0
10
20
30
40
50



Электронный микроскоп фирмы JEOL (япония)

JEOL-100CX

Рабочее напряжение 100 kV

ИФТТ РАН

JEOL-4000
ИФТТ РАН
Рабочее напряжение 100 kV
13 2 2003

1934 - L.Marton первые электронно-микроскопические снимки биологических объектов

1940 - H.Mahl C.Hall,1956 - метода реплик - отпечатков, сделанных с поверхности

1942 - H.Muller, декорирование их металлами

1956 - P.Hirsch наблюдение дислокаций и дефектов упаковки в металлических фольгах

1928 - H.Bethe, интерпретации наблюдаемого контраста – динамическая дифракция электронов

1947 - H.Boerch контраст единичных атомов обсуждались идеи фазового контраста

1949 - O.Scherzer фазовый сдвиг приобретаемый электронами при прохождении кристалла

1955 - R.Uyeda, 1965 R.Heidenreich, 1965 Y.Kamiya наибольший вклад в фазовые ошибки вносит сферическая аберрация

Основные мировые производители электронных микроскопов

Delong Group
FEI Company — США (слилась с Philips Electron Optics)

FOCUS GmbH — Германия

Hitachi — Япония

Nion Company — США

JEOL — Япония (Japan Electro Optics Laboratory)

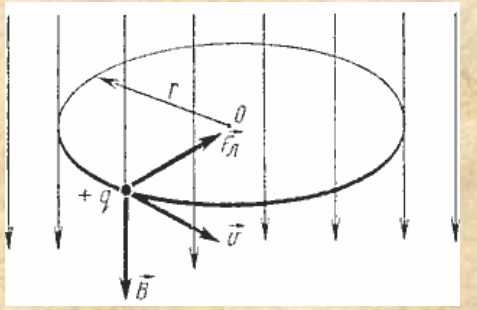
Teskan s.r.o. — Чехия

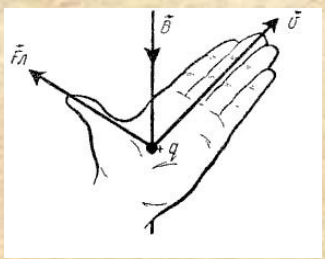
Carl Zeiss NTS GmbH — Германия

$e=4{,}80294\ 10^{-10}$ CGCE	Заряд электрона
$e/m=1{,}75888\ 10^{7}$ CGCM $г^{-1}$	Отношение заряда электрона к массе
$e/m=5{,}273\ 10^{17}$ CGCE	Отношение заряда электрона к массе
$m_e=9{,}1083\ 10^{-28}$ г	Масса электрона
$h=6{,}6254\ 10^{-27}$ эрг сек	Постоянная Планка

В 1931 году Р. Руденберг получил патент на просвечивающий электронный микроскоп, а в 1932 году М. Кнолль и Э. Руска построили первый просвечивающий микроскоп, применив магнитные линзы для фокусировки электронов. (Э. Руска за данный вклад стал лауреатом Нобелевской премии по физике за 1986 год).

Движение заряженных частиц в магнитном поле





$$\mathbf{F} = e[\mathbf{vB}]$$

Сила Лоренца

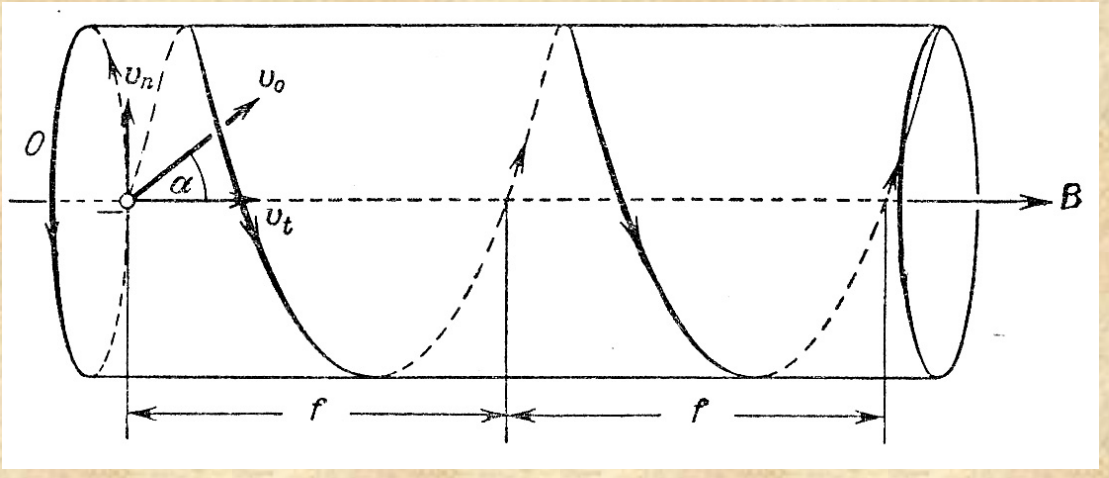
v-вектор скорости электрона
B-вектор магнитной индукции

$$F = evB$$

$$\frac{mv^2}{r} = evB$$

$$r = \sqrt{\frac{2m}{e} \cdot \frac{U}{B}}$$

E=100 эв,
B=0,01вб/м^2,
r=3,4 мм



$$v_0$$

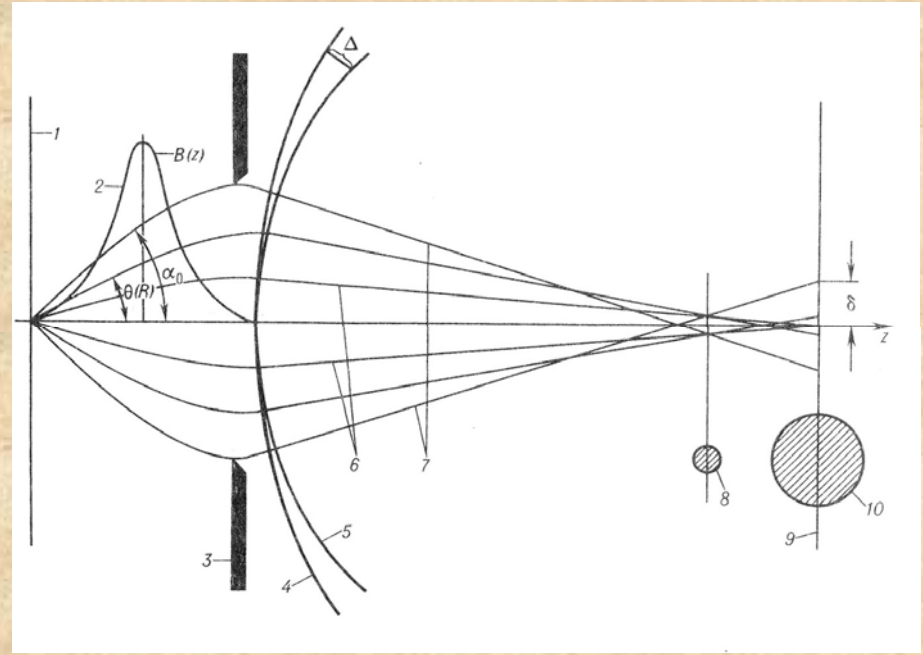
$$v_t = v_0 \cos\alpha$$

$$v_n = v_0 \sin\alpha$$

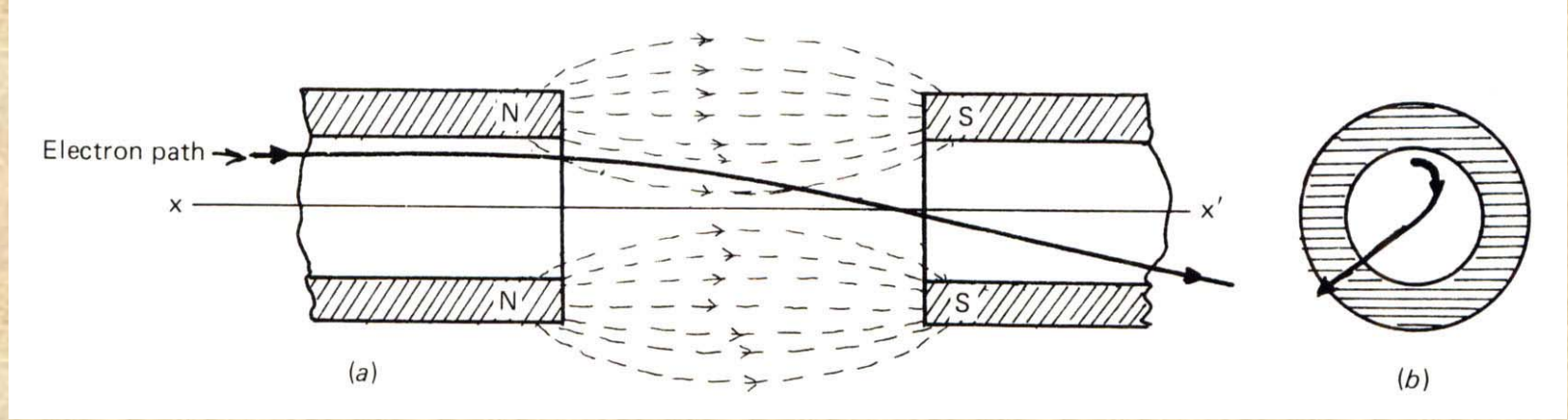
$$f = \frac{2\pi v_0 \cos\alpha \cdot m}{e} \cdot \frac{1}{B}$$

Ве́бер (обозначение: **Вб**, **Wb**) — единица измерения магнитного потока в системе СИ.
По определению, изменение магнитного потока через замкнутый контур со скоростью один вебер в секунду наводит в этом контуре ЭДС, равную одному вольту (см. Закон Фарадея). Через другие единицы измерения СИ вебер выражается следующим образом:
Вб = *В*·*с* = кг·м2·с−2·*А*−1
Единица названа в честь немецкого учёного Вильгельма Эдуарда Вебера.

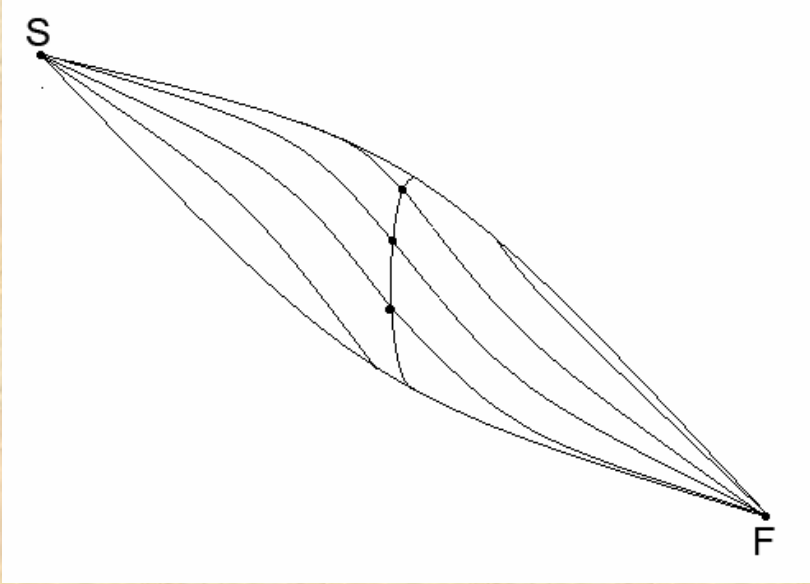
Формирование структуры электронного пучка, фигур рассеяния и волнового фронта в магнитной линзе со сферической аберрацией



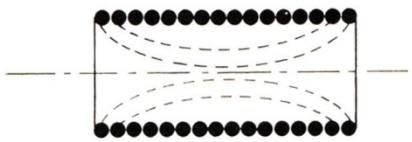
1-плоскость источника электронов, 2-распределение индукции магнитного поля B(z) вдоль оси линзы, 3-апертурная диафрагма, 4-волновой фронт при отсутствии сферической аберрации (сферическая поверхность), 5-реальный волновой фронт (искажен сферической аберрацией), 6-приосные лучи, 7-периферийные лучи, 8-наименьший кружек рассеяния, радиус которого равен $\delta/4$, 9-гаусова плоскость изображения, 10-кружек рассеяния в гаусовой плоскости изображения, радиус которого равен $\delta = M C_s \alpha_0^3$

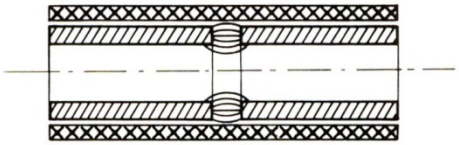


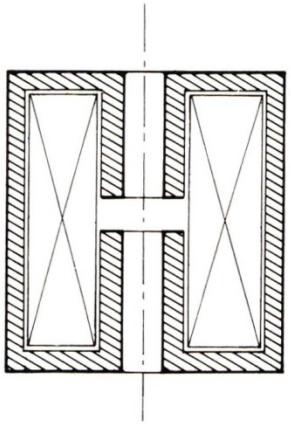
(а)-фокусирующее действие магнитного поля на движущийся электрон;
(б)-аксиальное изображение рисунка (а) справа на лево демонстрирующее одновременное действие вращения и фокусировки магнитным полем.

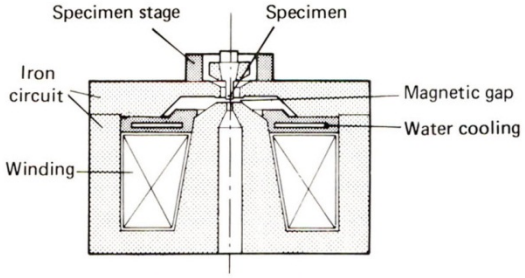


Упрощенные схемы магнитных линз применяемых в электронных микроскопах

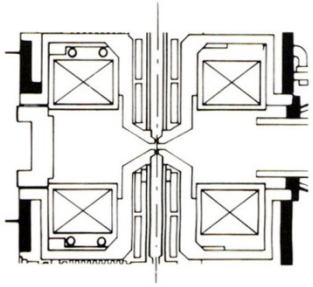




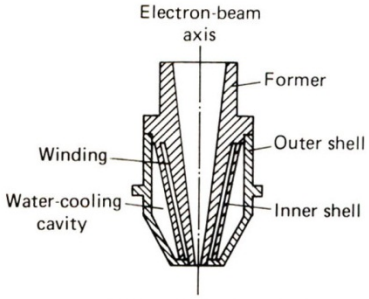




Typical high resolution objective lens for top-entry specimen stage (EM 802)



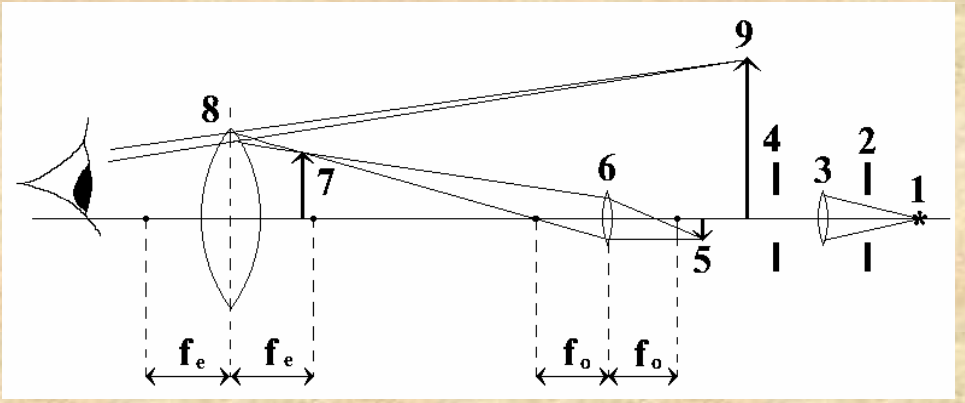
Symmetrical side entry condenser/objective lens of Riecke-Ruska type (EM 400)



Mini-lens (le Poole, 1964)

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ



Оптическая схема трехлинзового оптического микроскопа. 1-источник света, 2-апертурная диафрагма конденсора, 3-конденсорная линза, 4-полевая диафрагма, 5-объект, 6-объективная линза, 7-первое увеличенное действительное изображение, 8-окулярная линза, 9-второе увеличенное мнимое изображение

$$K = \frac{H}{h} = \frac{D \cdot \Delta}{f_1 \cdot f_2}$$

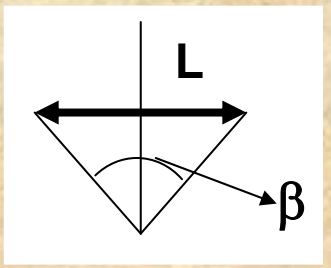
Здесь *f1, f2* - фокусные расстояния объективной и окулярной линз, - расстояние между фокусами этих линз, *D* - расстояние наилучшего зрения. Например, если для типичного случая f_1=2mm, f_2=15mm, =1,0mm, D=250mm, коэффициент увеличения такого микроскопа *K=1335*.

$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}$$

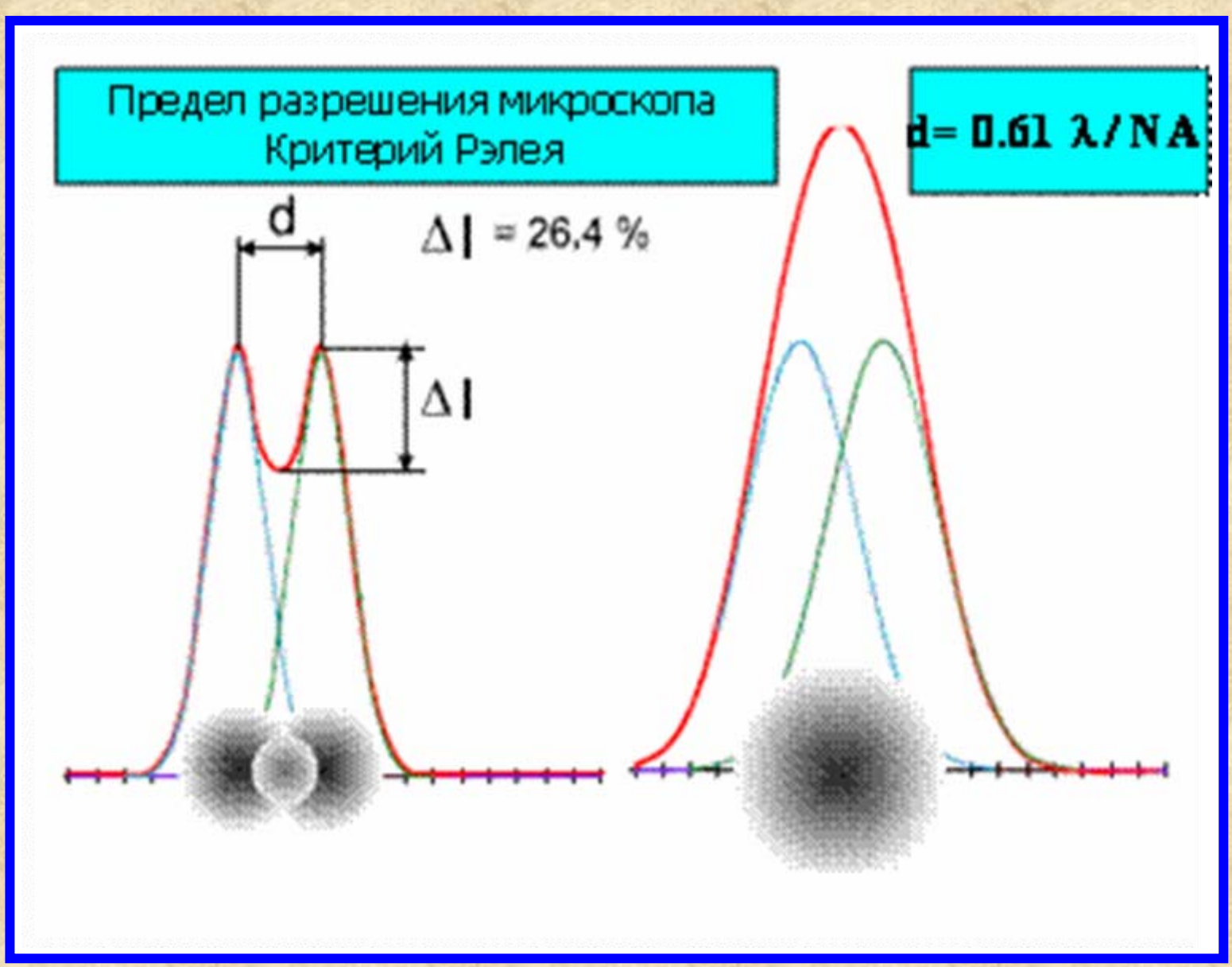
Дифракционное разрешение

$$A = n \cdot \sin\beta$$

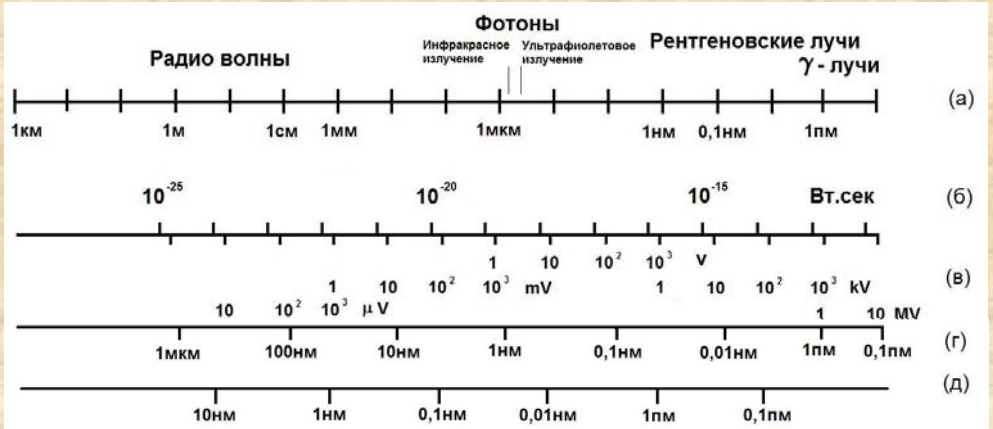
Числовая апертура



Разрешающая способность оптической системы



Диаграммы спектра электромагнитных колебаний



Физические параметры волн и частиц используемых в микроскопии.

(а) длины волн квантов
(б) энергии квантов
(в) энергии ускоренных частиц (электронов, протонов)
(г) длины волн ускоренных электронов
(д) длины волн ускоренных протонов

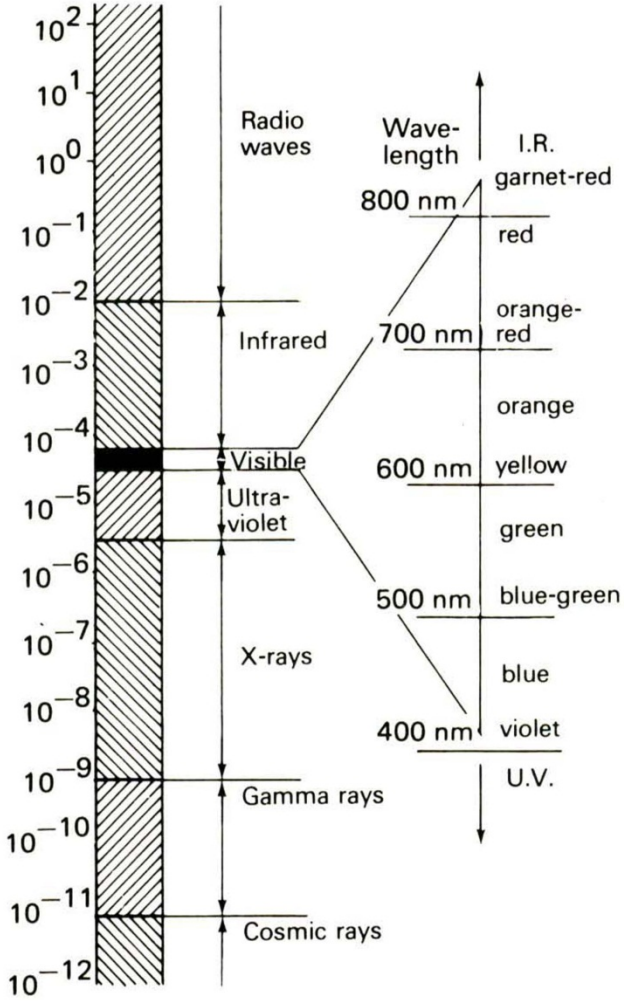


Диаграмма спектра электромагнитных колебаний.
Левая колонка - длины волн в метрах;
Средняя колонка – названия соответствующих областей спектра;
Правая колонка – видимая область спектра,
соответствующие длины волн и цветовые характеристики.

Длины волн электромагнитного излучения

γ-лучи	$10^{-11} – 10^{-9}$ см
X-ray	$10^{-10} – 10^{-9}$ см
УФ	$10^{-7} – 0.4\ 10^{-4}$ см
Видимый свет	$0.4\ 10^{-4} – 0.7\ 10^{-4}$ см
ИК	$0.7\ 10^{-4} – 0.01$ см
Радио волны	0.01 см – 3-4 км

Длины вон электронов различных энергий

E(kV)	λ_e (Å) классическая	λ_e (Å) релятивистская
1	0,3876	0,3876
10	0,1226	0,1220
100	0,0387	0,0370
400	0,0193	0,0164

$1Å=10^{-10}$ m$=10^{-8}$ cm$=10^{-7}$mm

$1\mu=10^{-6}$ m

$1nm=10^{-9}$ m

Множительные приставки к единицам измерения
(названия и обозначения)

Множитель	Приставка		Множитель	Приставка	
	Наименование	Обозначение русское, международное		Наименование	Обозначение русское, международное
10^{18}	экса	Э, E	10^{-1}	деци	д, d
10^{15}	пета	П, P	10^{-2}	санти	с, c
10^{12}	тера	Т, T	10^{-3}	милли	м, m
10^{9}	гига	Г, G	10^{-6}	Микро	мк, μ
10^{6}	мега	М, M	10^{-9}	Нано	н, n
10^{3}	кило	к, k	10^{-12}	Пико	п, p
10^{2}	гекто	Г, h	10^{-15}	фемто	ф, f
10	дека	да, da	10^{-18}	атто	а, a

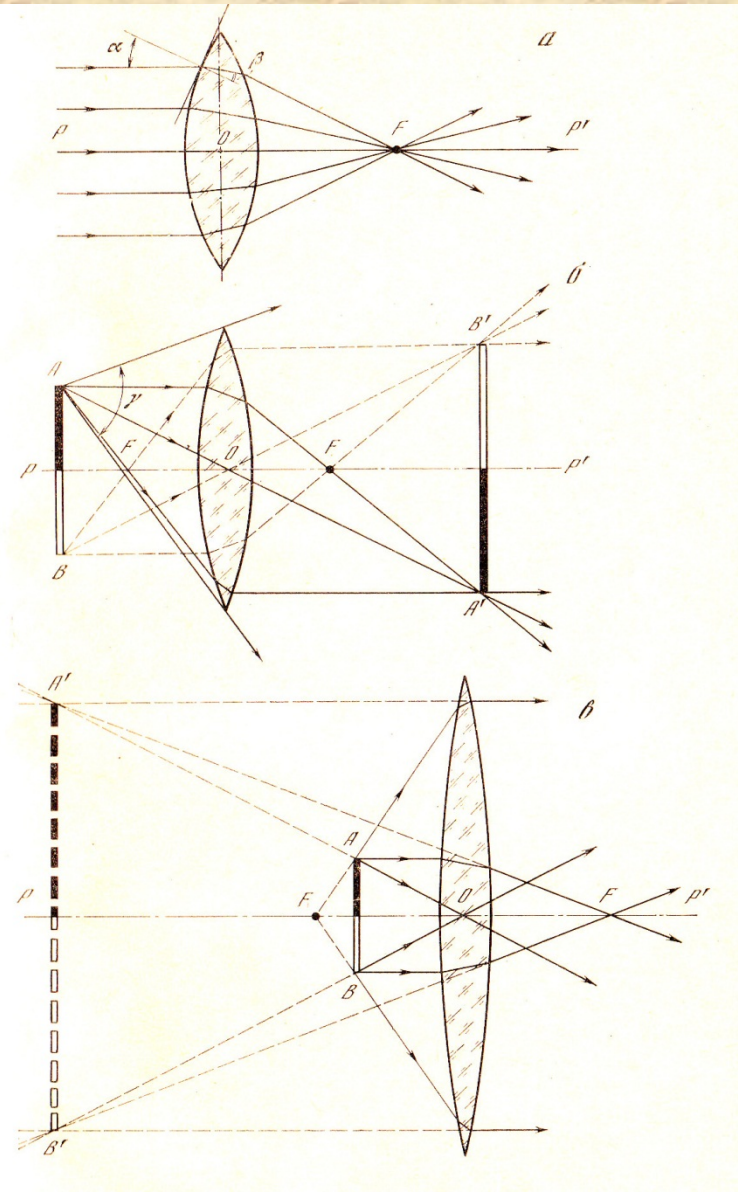


Схема построения лучей в двояковыпуклой линзе

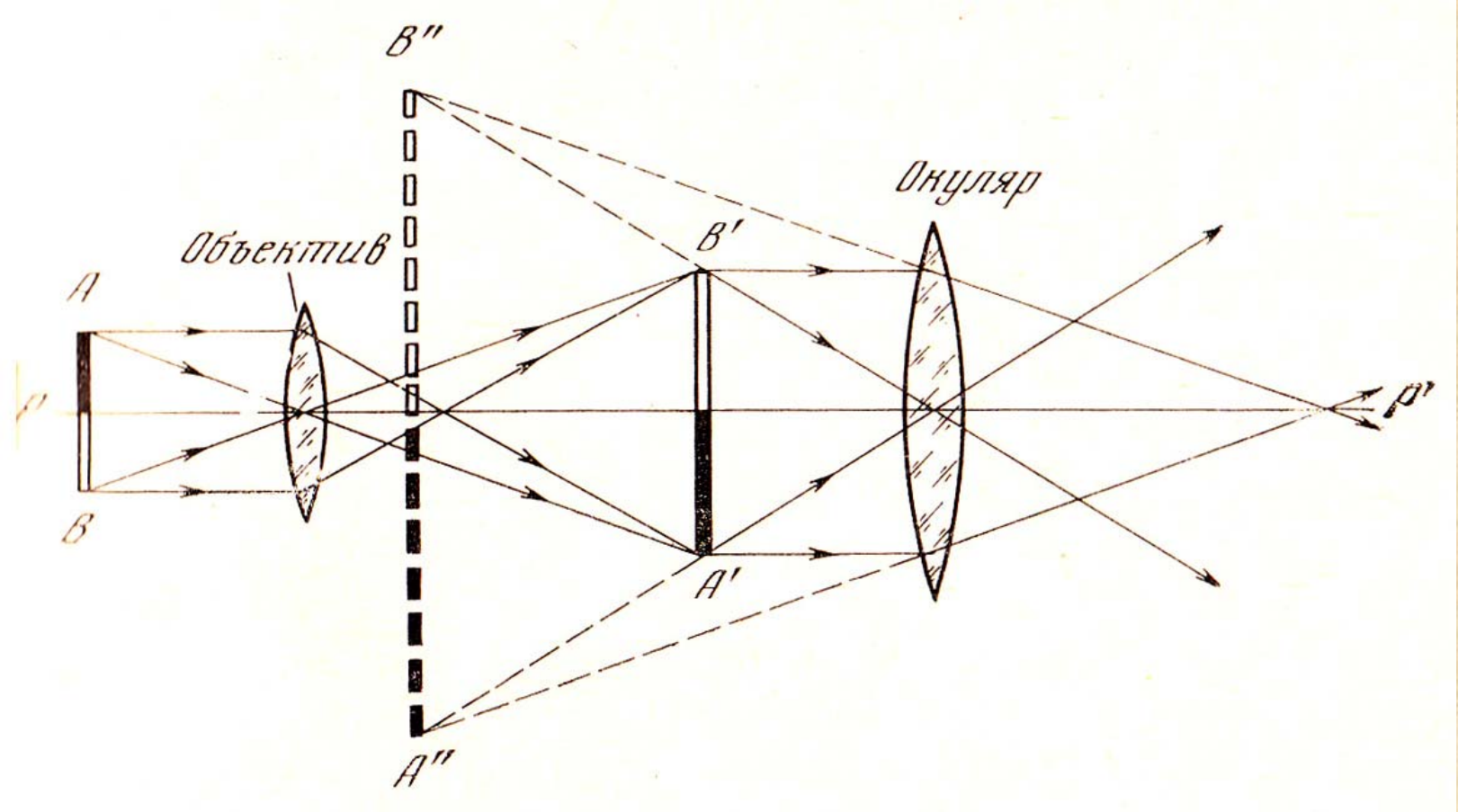
(действительное и мнимое изображения)

а) – фокусировка параллельного пучка лучей в фокусе линзы;

б) – правила построения построения лучей для случая когда объект располагается за пределами фокусного расстояния;

в) – построение лучей, когда объект располагается между центром линзы и фокусом

Схема простейшего двухлинзового оптического микроскопа



АВ-объект; А’В’-первое увеличенное изображение;
А’’В’’-второе увеличенное изображение

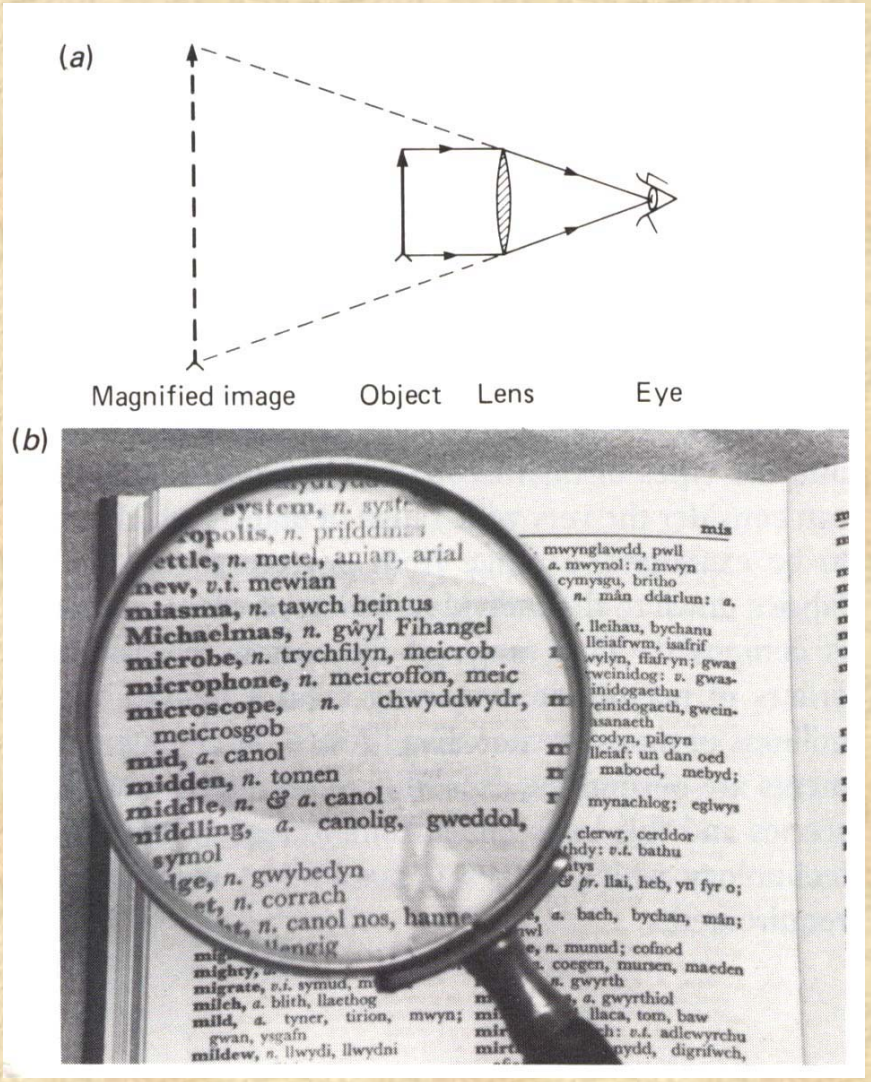
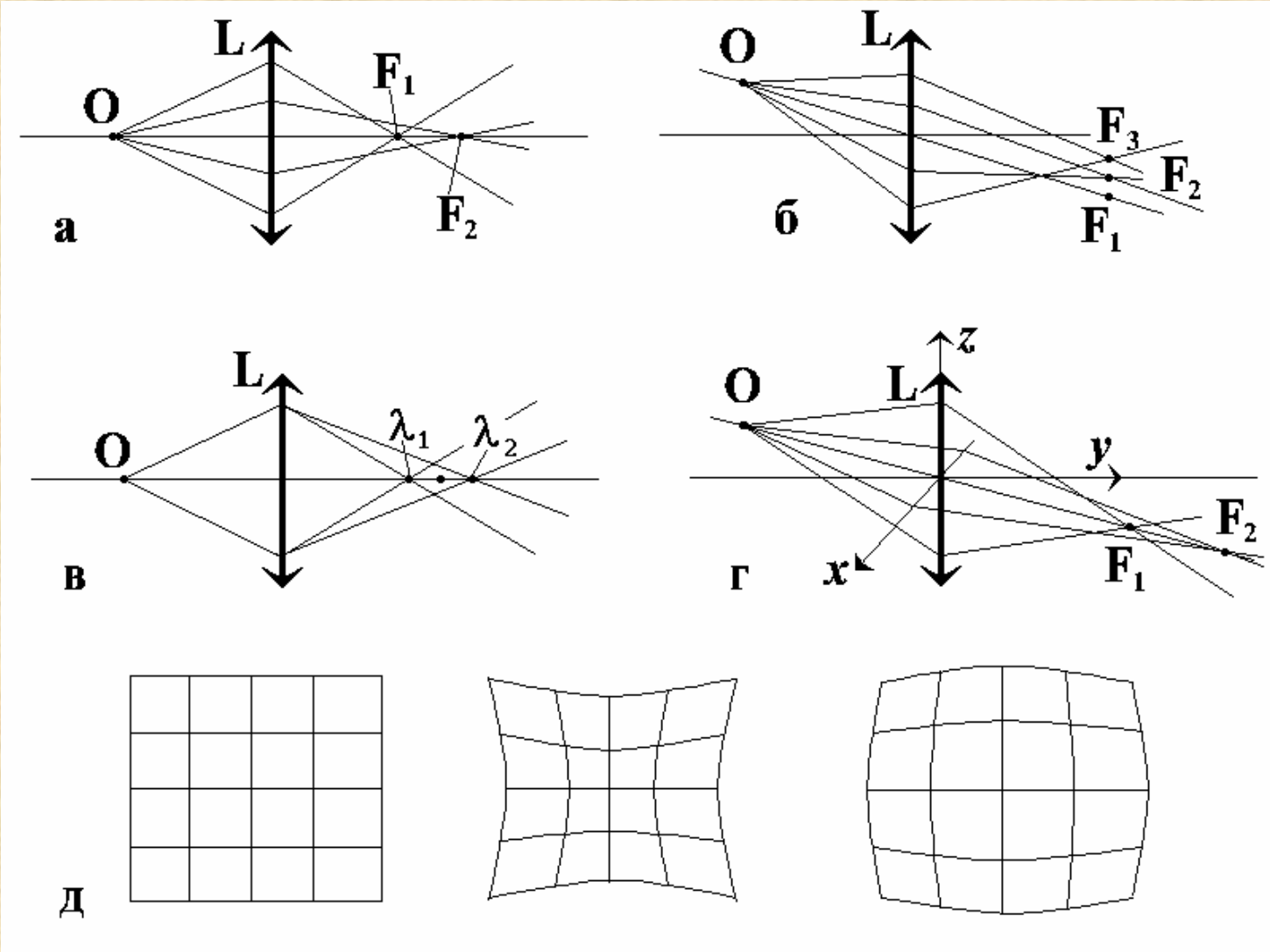


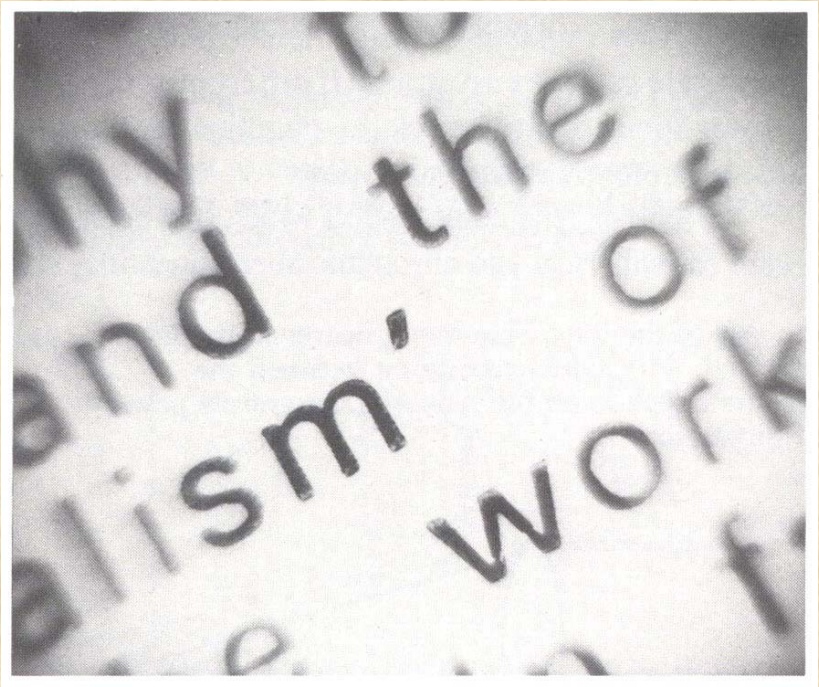
Схема построения изображения при помощи двояковыпуклой линзы (лупа) –а); Изображение фрагмента страницы текста – (б) На изображении наблюдаются искажения связанные со сферической аберрацией.

Основные аберрации оптических систем

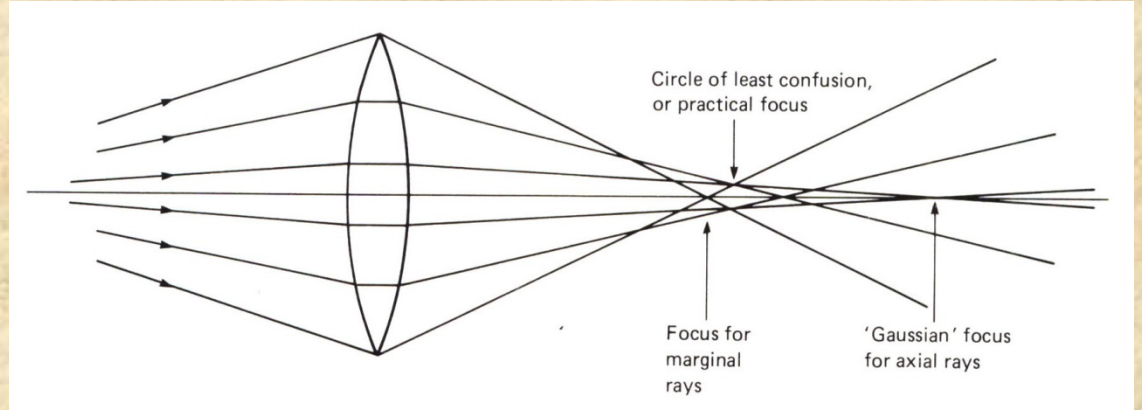


а)-сферическая аберрация, б)-кома, в)-хроматическая аберрация, г)-астигматизм, д)-дисторсия.

а)

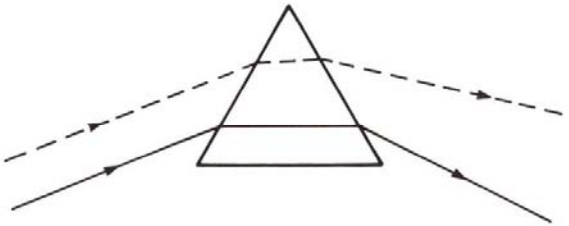


б)



Типичное изображение со сферической аберрацией - (а); схема образования сферической аберрации - (б)

Figure 1.3. Glass (and plastic) lenses and prisms have different refracting powers for the various colours of light. Blue (solid line) is bent more than red (broken line), hence white light images are a succession of coloured images spread out along the axis of the lens, blue being nearer to the lens than red. The actual separation between the colours depends on the type of glass and its power of dispersion.



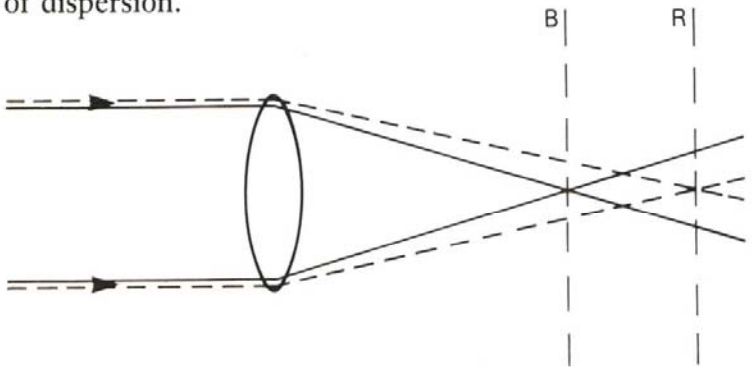
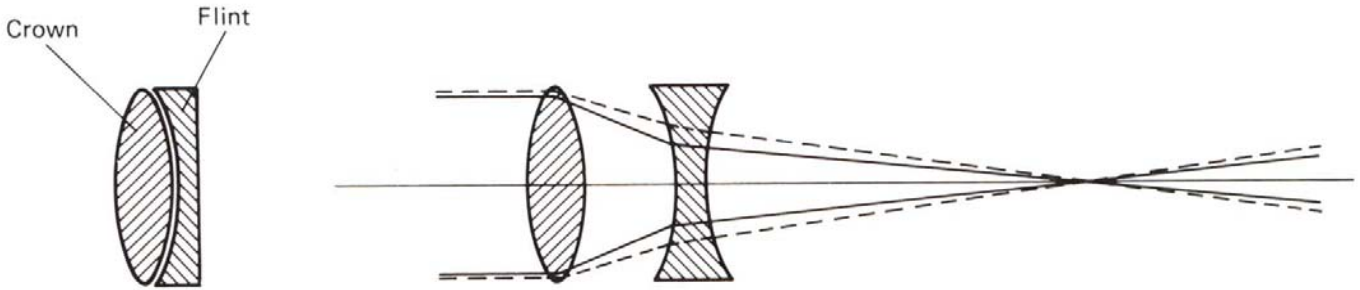
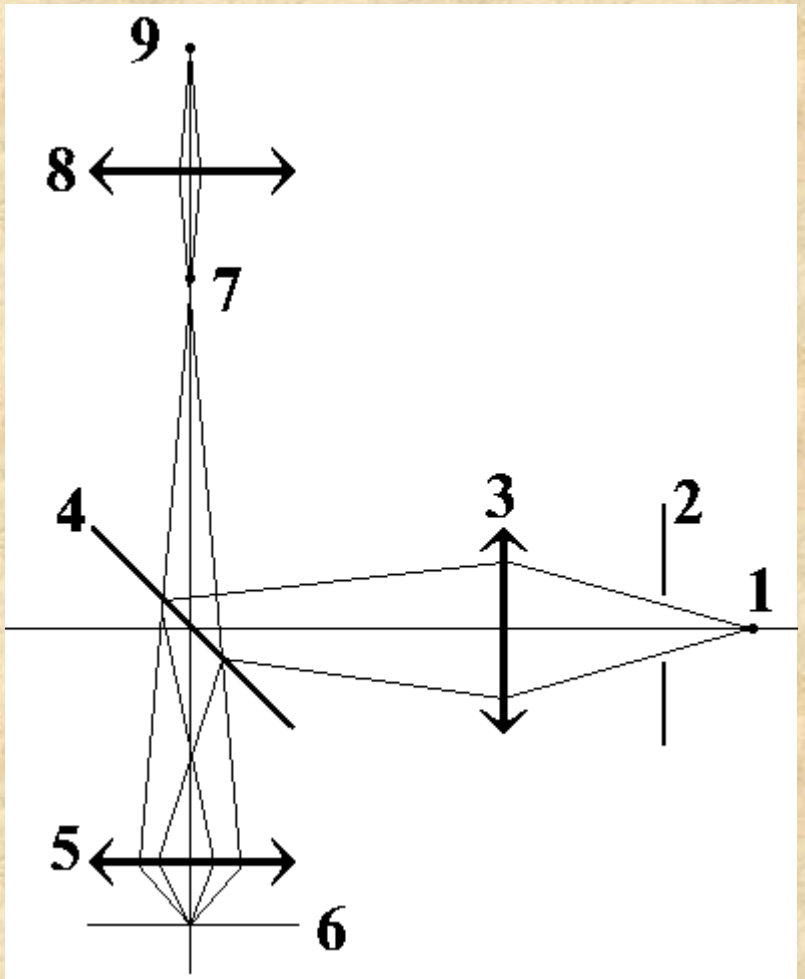


Figure 1.4. Achromatic doublet combination comprising a converging lens of crown glass and a weaker diverging lens of more highly dispersive flint glass. The combined effect is of a converging lens with equal focal lengths for two colours; red and blue correction is illustrated but it may be designed for other combinations of colours.



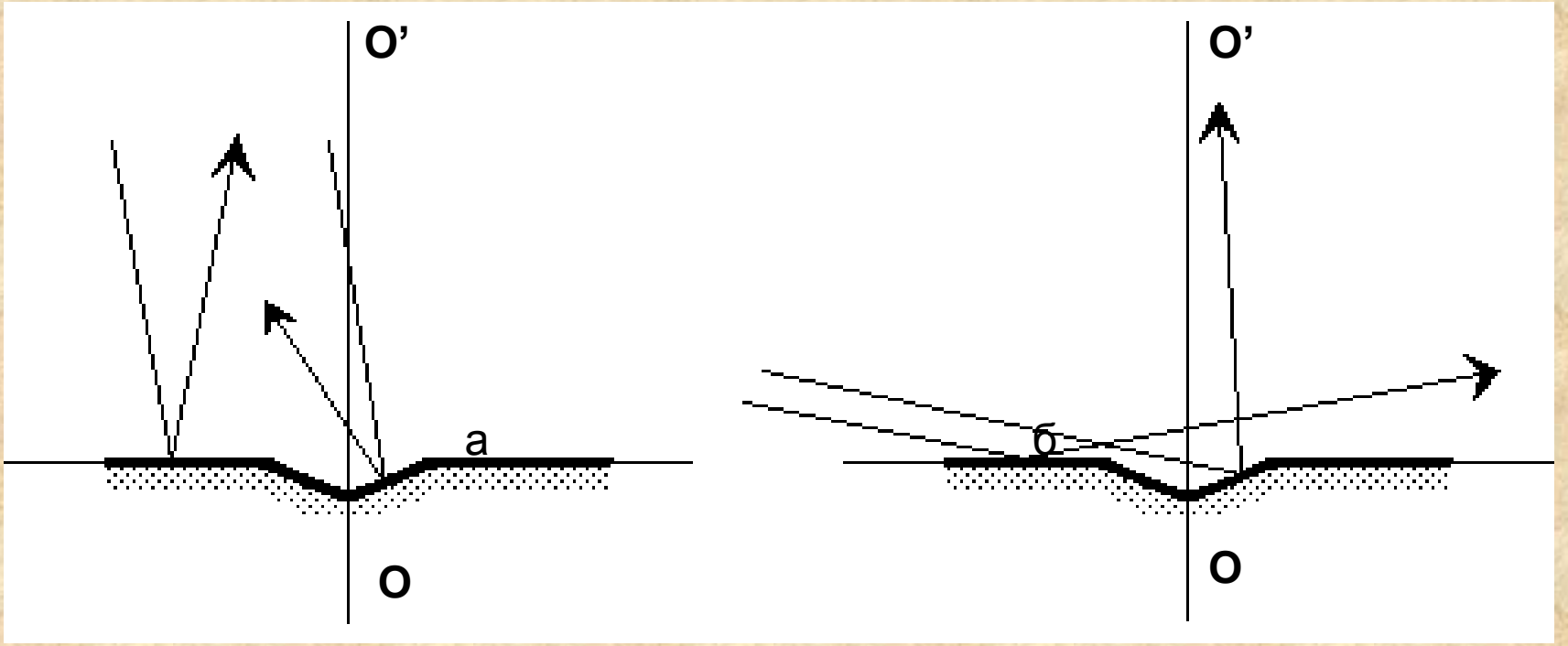


Оптическая схема металлографического микроскопа

1-источник света;
2-апертурная диафрагма конденсора;
3-конденсорная линза;
4-полупрозрачное зеркало;
5-объектив;
6-плоскость объекта;
7-плоскость первого изображения;
8-окуляр;
9-плоскость второго изображения.

Что и как мы видим при помощи оптической системы?

Способы освещение объекта а-прямое освещение, б-наклонное (косое) освещение



Схема, иллюстрирующая образование а-светлопольного и б-темнопольного контраста

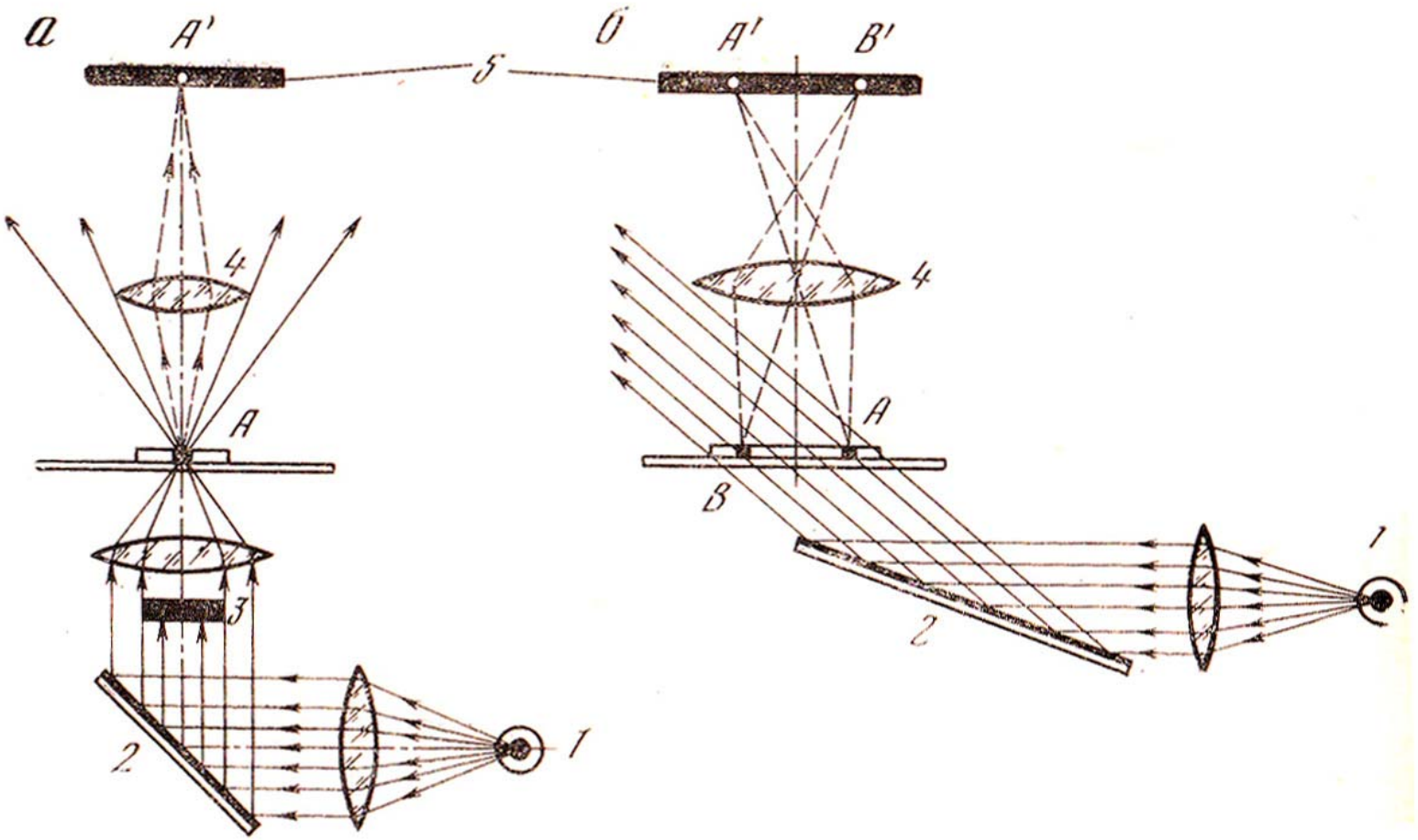
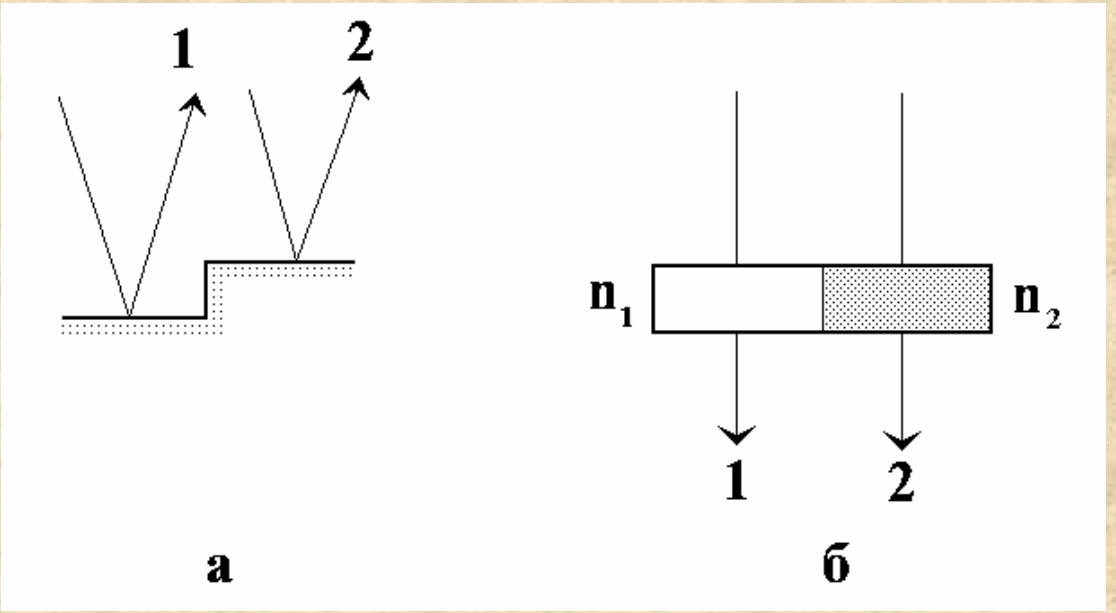


Схема образования темнопольного изображения при прямом (а) и косом (б) освещениии

1-источник освещения, 2-зеркало, 3-затемняющая пластина (экран)
4-объектив, 5-темное поле

АМПЛИТУДНЫЙ КОНТРАСТ



$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot e^{i(\omega t+\varphi)}$$

$$\mathbf{E}_1 = A_1 \cdot \mathbf{E_0} \cdot e^{i(\omega t+\varphi)}$$

$$\mathbf{E}_2 = A_2 \cdot \mathbf{E_0} \cdot e^{i(\omega t+\varphi)}$$

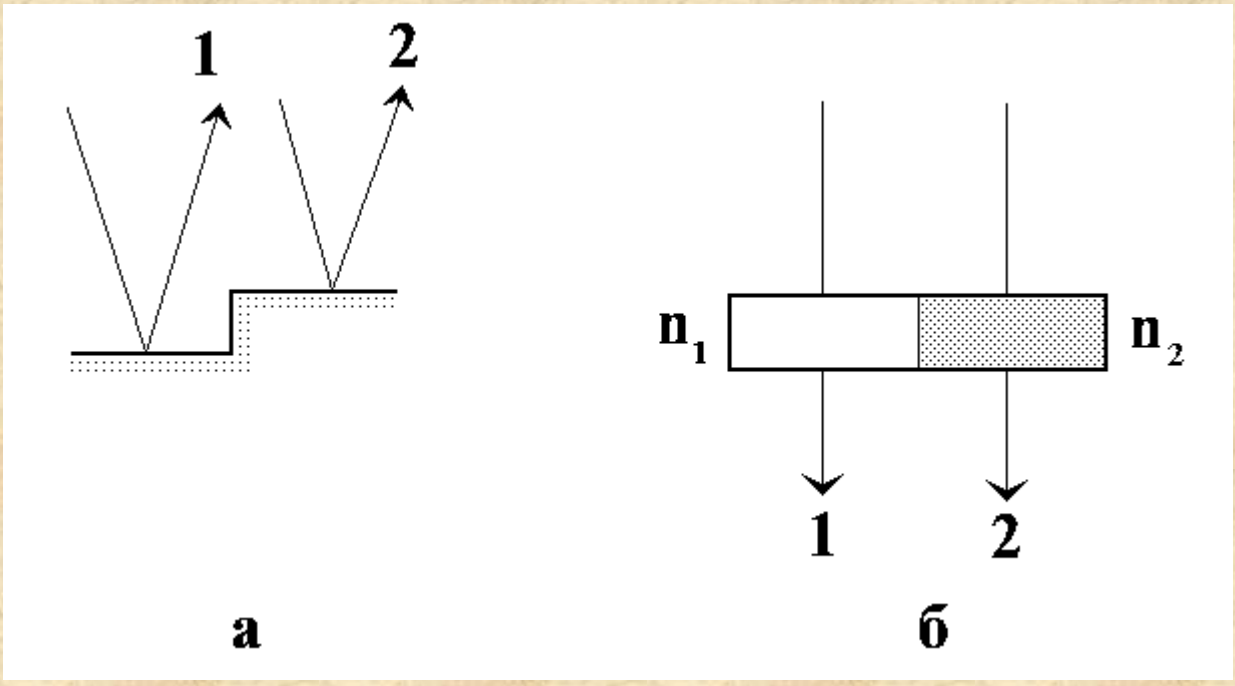
$$I_1 = \left|A_1\mathbf{E}_1 \cdot A_1\mathbf{E}_1^{*}\right| = A_1^{2} \cdot E_0^{2}$$

$$I_2 = \left|A_2\mathbf{E}_2 \cdot A_2\mathbf{E}_2^{*}\right| = A_2^{2} \cdot E_0^{2}$$

$$\mathbf{E} = A(x,y) \cdot \mathbf{E_0} \cdot e^{i(\omega t+\varphi)}$$

$$I(x,y) = \left|\mathbf{E} \times \mathbf{E}^{*}\right| = A^{2}(x,y) \cdot E_0^{2}$$

ФАЗОВЫЙ КОНТРАСТ



$$E = E_0 \cdot \sin\omega t$$

$$E_1 = E_0 \cdot \sin\omega t$$

$$E_2 = E_0 \cdot \sin\left(\omega t - \Delta\varphi\right)$$

$$I = \left|E\right|^2$$

$$I_1 = \left|E_1 \cdot E_1^*\right| = E_0^2$$

$$I_2 = \left|E_2 \cdot E_2^*\right| = E_0^2$$

$$\Delta\varphi(x,y) << 1$$

Тонкий фазовый объект

Впервые идея детектирования фазового контраста была предложена в 1934 году Ф.Цернике
(ЦЕРНИКЕ Фриц 16 июля 1888 г. – 10 марта 1966 г.
Нобелевская премия по физике, 1953 г.)

$$E(x) = E_0 \cdot \sin\left[\omega t - \Delta\varphi(x)\right]$$

$$E(x) = E_0 \cdot \sin \omega t \cdot \cos \Delta\varphi(x) - E_0 \cdot \sin \Delta\varphi(x) \cdot \cos \omega t \approx$$

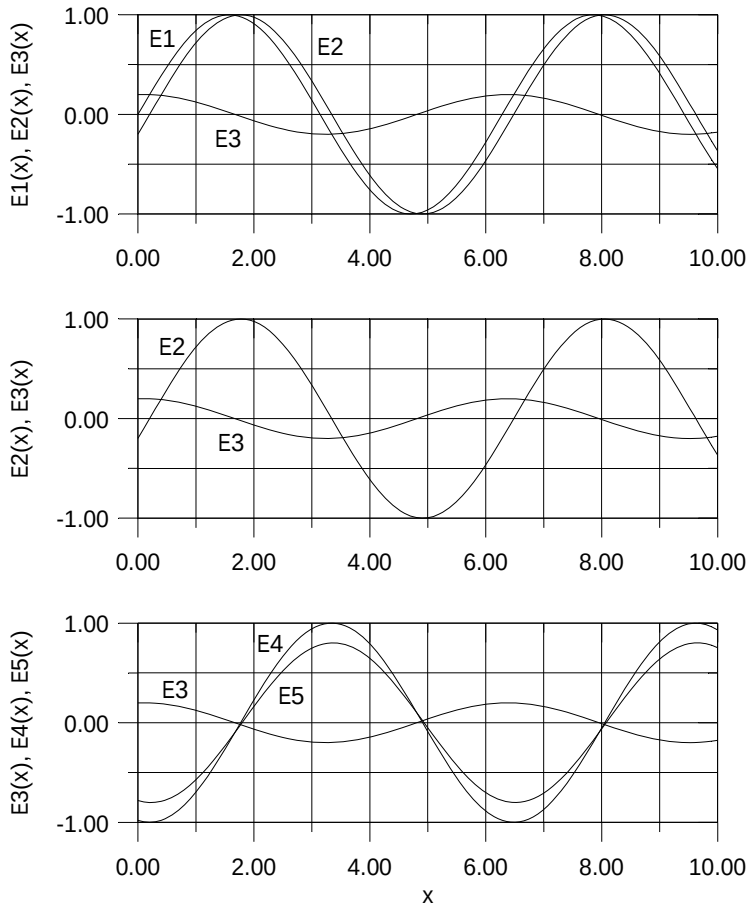
$$\approx E_0 \cdot \sin \omega t - E_0 \cdot \Delta\varphi(x) \cdot \cos \omega t$$

Если изменить фазу второго слагаемого на $\pi/2$
или сдвинуть вторую волну на четверть длины волны $\lambda/4$
можно будет произвести простое суммирование
последних двух слагаемых

$$\cos \omega t \longrightarrow \sin \omega t$$

$$E(x) = E_0 \cdot \left[1 - \Delta\varphi(x)\right] \sin \omega t$$

$$I(x) = \left|E(x)\right|^2 = E_0^{\,2} \cdot \left[1 - \Delta\varphi(x)\right]^2$$

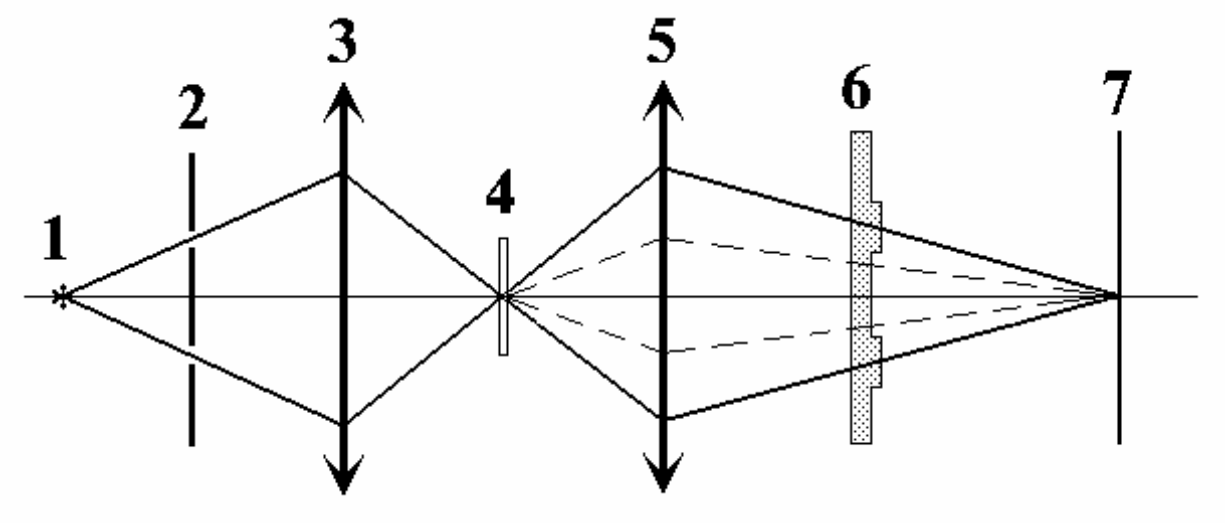


E1(x)= sin(x), E2(x)= sin(x-ô), E3(x)= E1(x)-E2(x),
E4(x)= E2(x-p), E5(x)= E3(x)+ E4(x)

Фазовый сдвиг волн, возникающий при рассеянии на фазовом объекте.

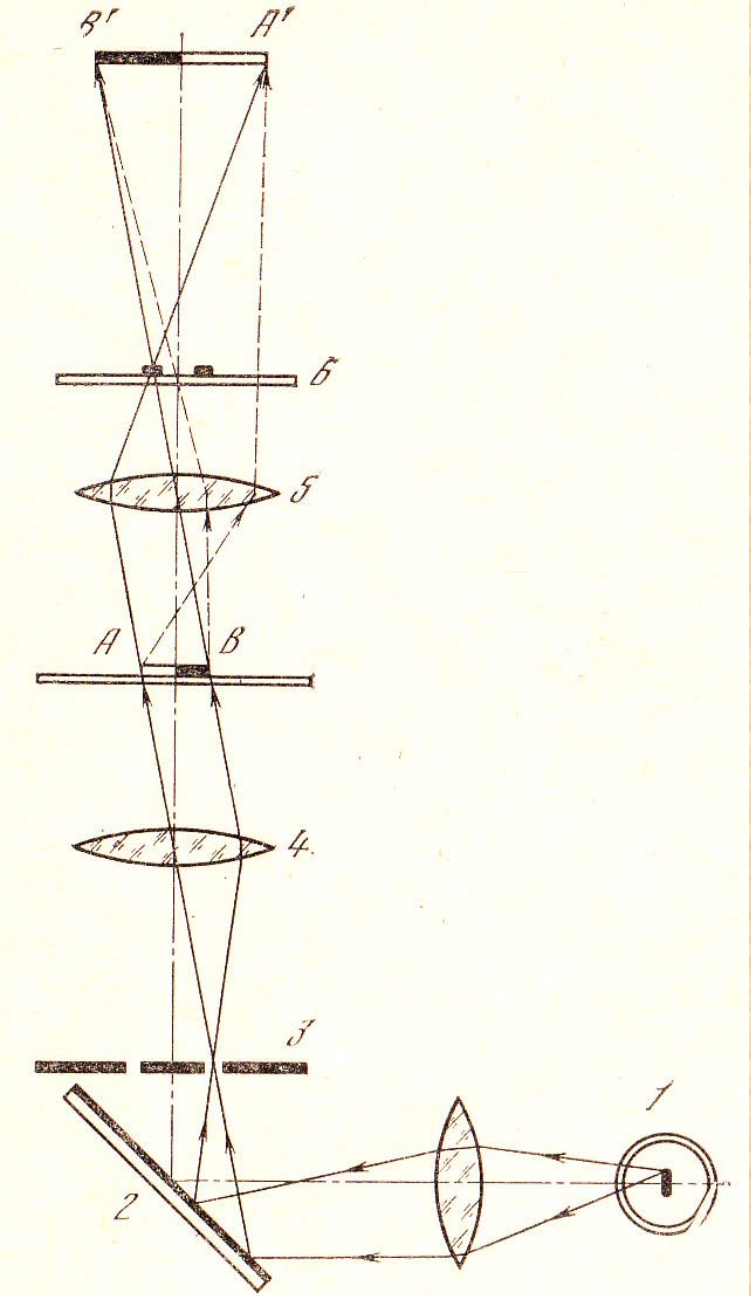
Этот способ фазового детектирования микроскопического изображения был разработан Ф.Цернике в 1935 году. Для его реализации необходимо разностную волну сдвинуть по фазе на четверть длины волны

Фазовотемнопольный микроскоп Ф.Цернике



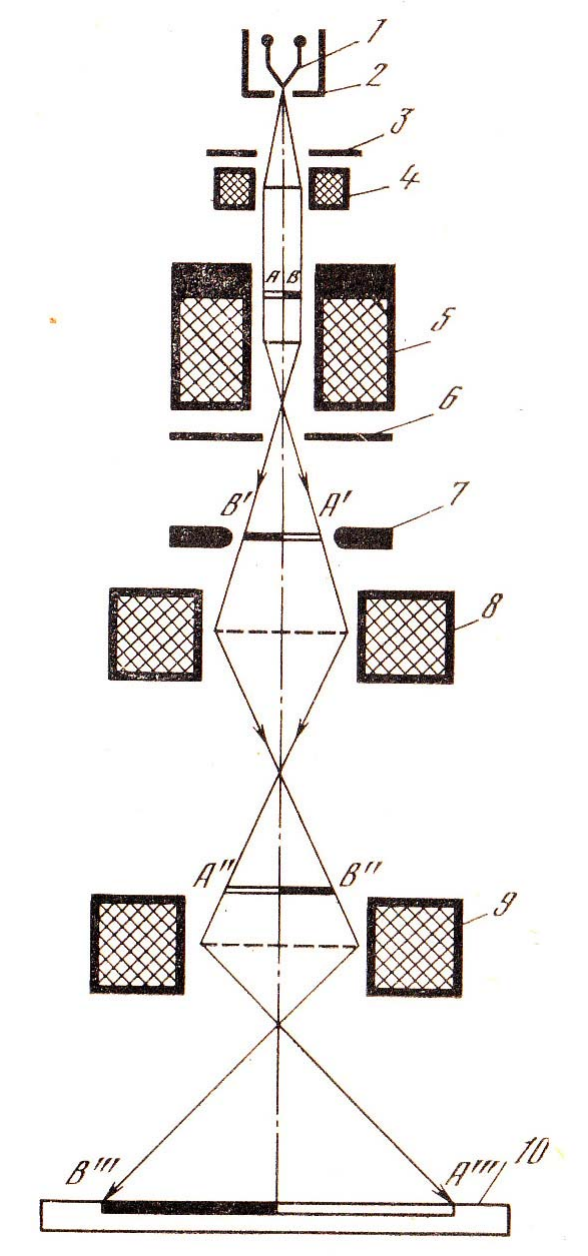
Ход лучей в фазово-темнопольном микроскопе.

1-источник света;
2-кольцевая апертурная диафрагма;
3-конденсорная линза;
4-фазовый объект;
5-объектив;
6-четверть-волновая пластинка;
7-фазово-темнопольное изображение объекта



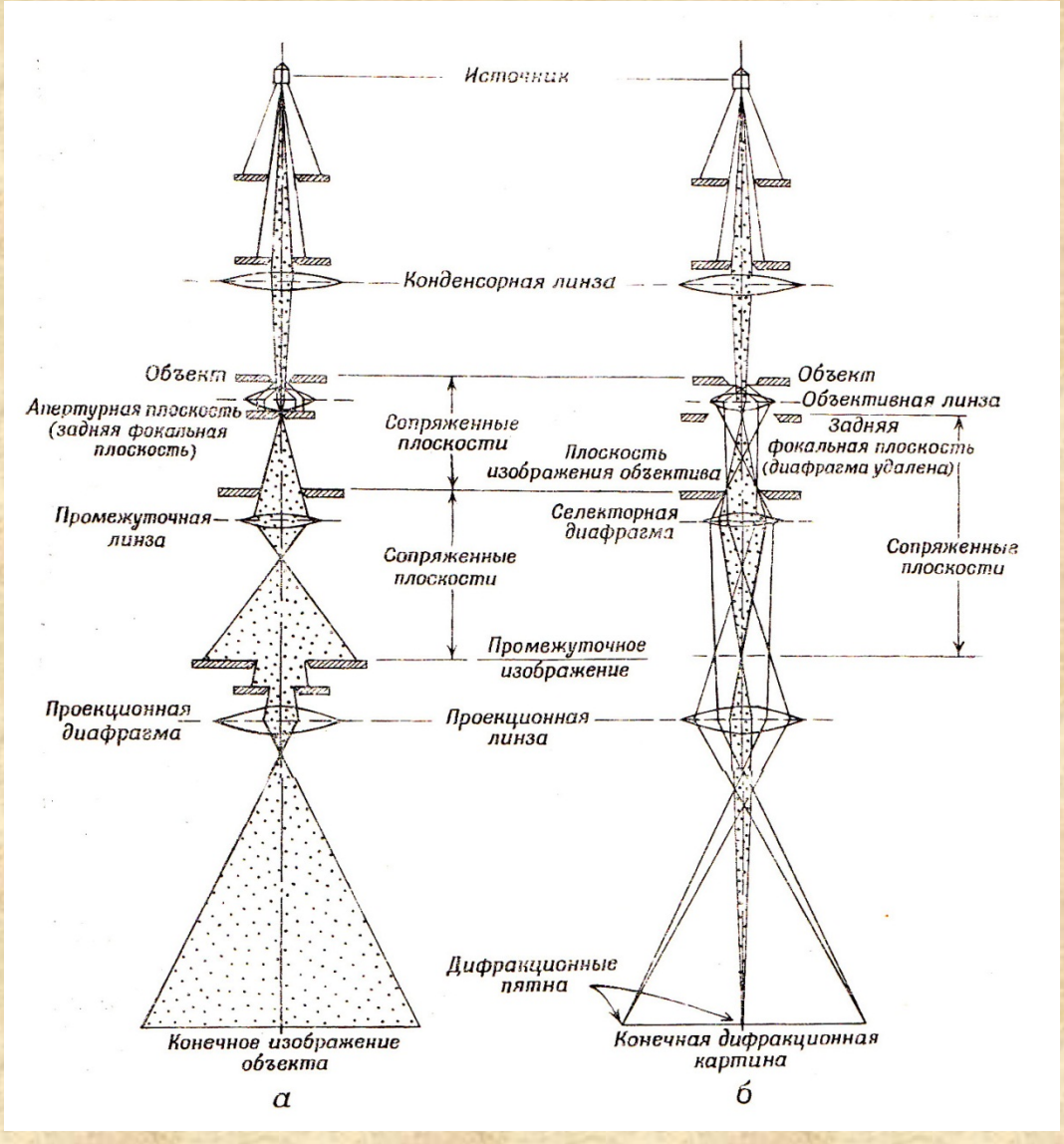
Получение фазового контраста в микроскопии

1-источник света,
2-зеркало,
3-апертурная диафрагма,
4-конденсор,
5-объектив,
6-четвертьволновая фазовая пластинка



Оптическая схема просвечивающего электронного микроскопа

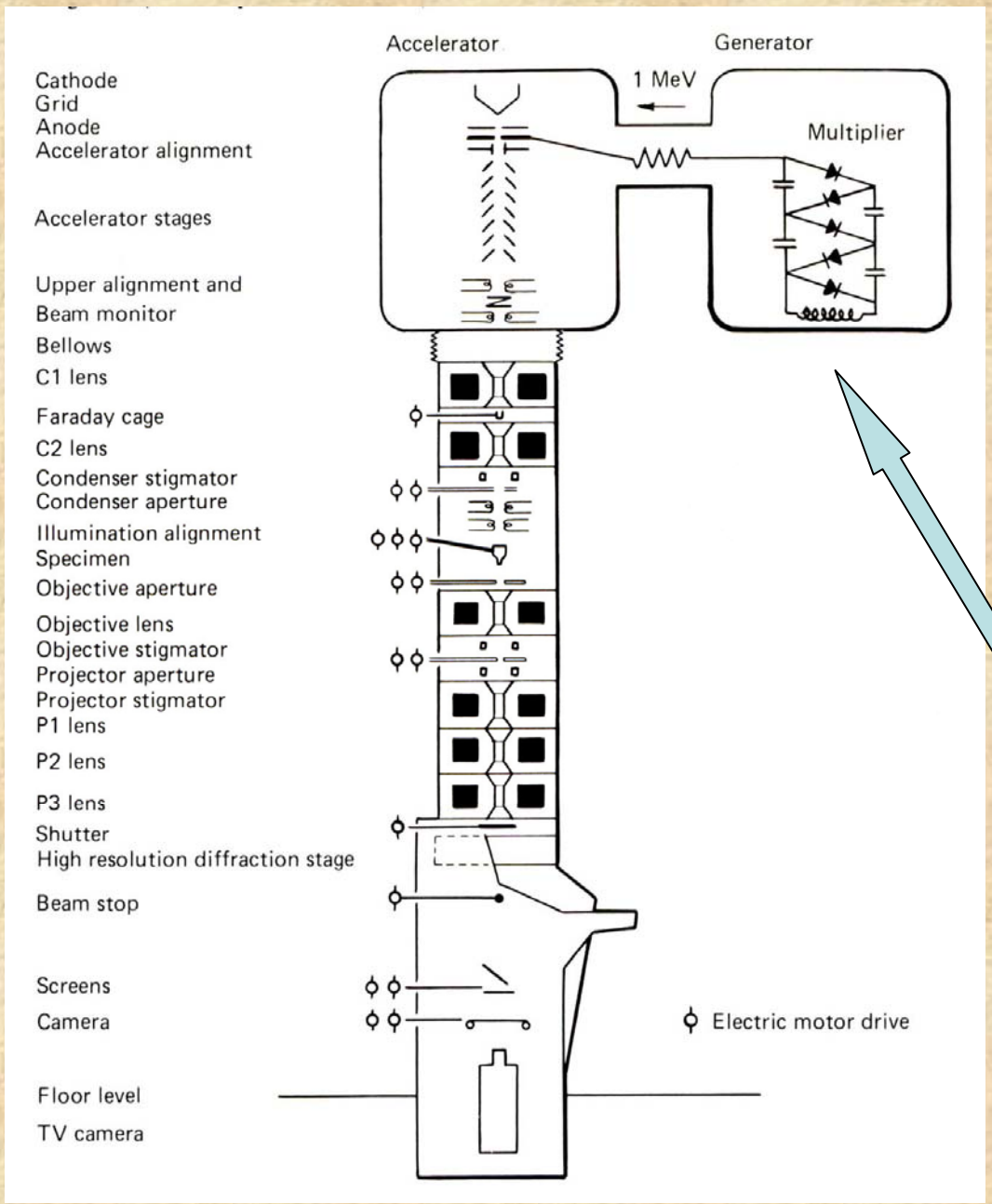
1-катод,
2-управляющий электрод,
3-анод,
4-конденсорная линза,
5-объективная линза,
6-апертурная диафрагма,
7-селекторная диафрагма,
8-промежуточная линза,
9-проекционная линза,
10-экран (фотопластинка)



Ход лучей в электронном микроскопе с трехступенчатым увеличением

а-режим получения изображения;
б-режим микродифракции

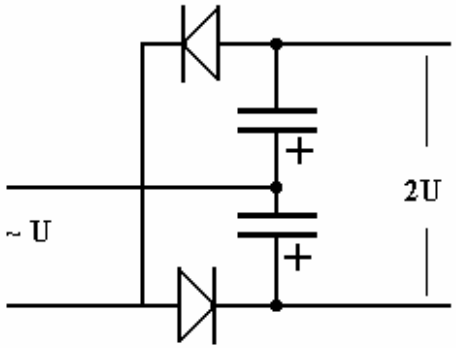
При переходе
от режима - а) к режиму - б)
увеличивается фокусное расстояние промежуточной линзы так,
чтобы получить изображение задней фокальной плоскости объективной линзы



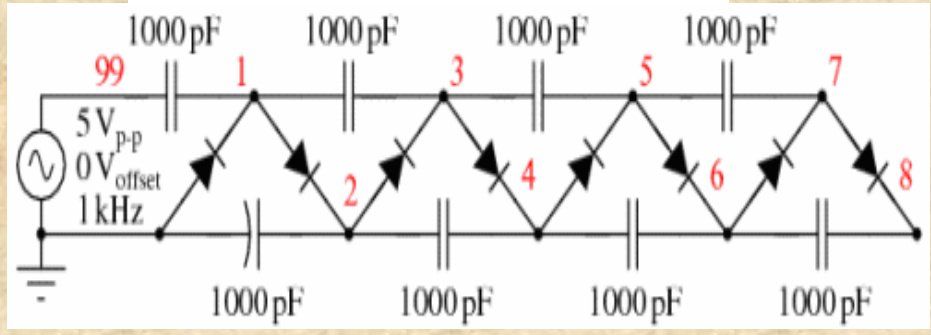
Схематическое изображение колонны микроскопа AEI Kratos EM7 и его блока высоковольтного питания

Генератор высокого напряжения Кокрофта-Уолтона

УДВОИТЕЛИ НАПРЯЖЕНИЯ

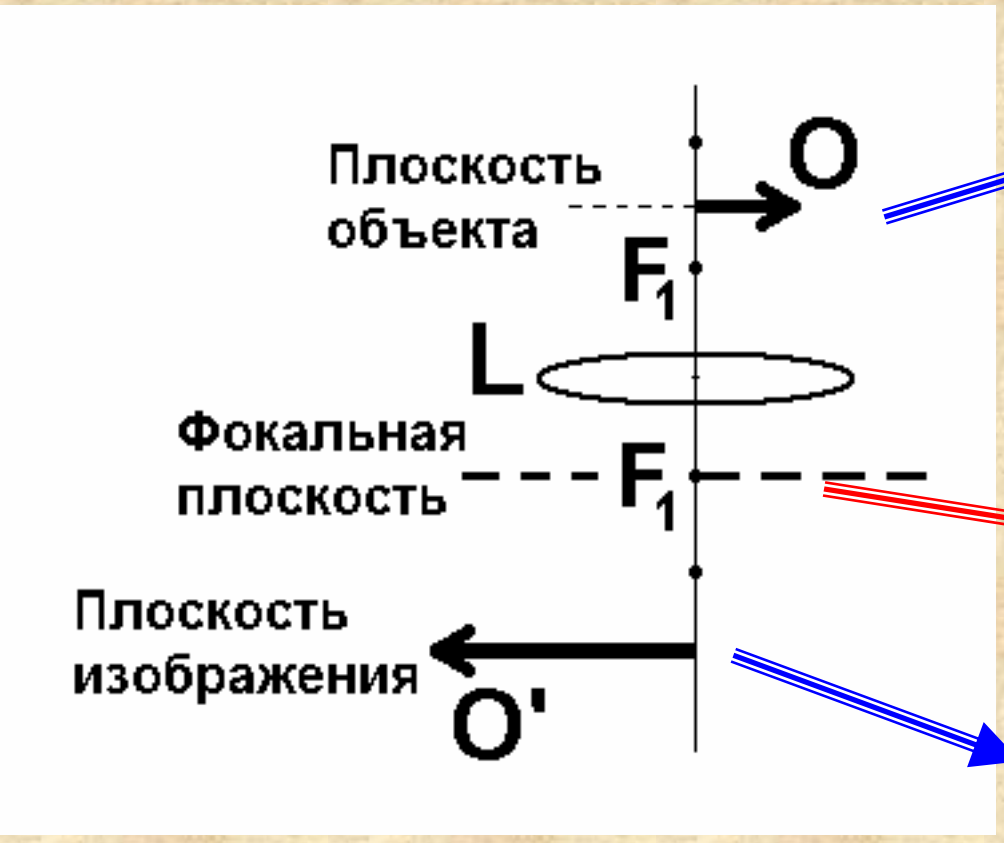


Умножители напряжения



Генератор Кокрофта-Уолтона — *умножитель напряжения*, преобразующий переменное или пульсирующее постоянное напряжение в высокое постоянное напряжение. Генератор строится из лестницы *конденсаторов* и диодов. В отличие от трансформатора такой метод не требует тяжёлого сердечника и серьёзной изоляции, так как напряжения на всех ступенях равны. Используя только конденсаторы и диоды генераторы такого типа могут преобразовывать относительно низкое напряжение в очень высокое, при этом оказываясь много легче и дешевле по сравнению с трансформаторами. Ещё одним преимуществом является возможность снять напряжение с любой ступени схемы, так же как в многоотводном трансформаторе. Генераторы Кокрофта-Уолтона применяются во многих областях техники, в частности, в лазерных системах, в источниках высокого напряжения, в системах рентгеновского излучения, подсветке *жидкокристаллических* экранов, лампах бегущей волны, *ионных насосах*, электростатических системах, ионизаторах воздуха, ускорителях частиц, копировальных аппаратах, осциллографах, телевизорах и во многих других устройствах, где необходимо одновременно высокое напряжение и постоянный ток.

Согласно представлениям Гюйгенса-Френеля-Аббе обычная линза при формировании изображения производит двойное Фурье преобразование т.е. является дифракционным прибором



$$f(x)$$

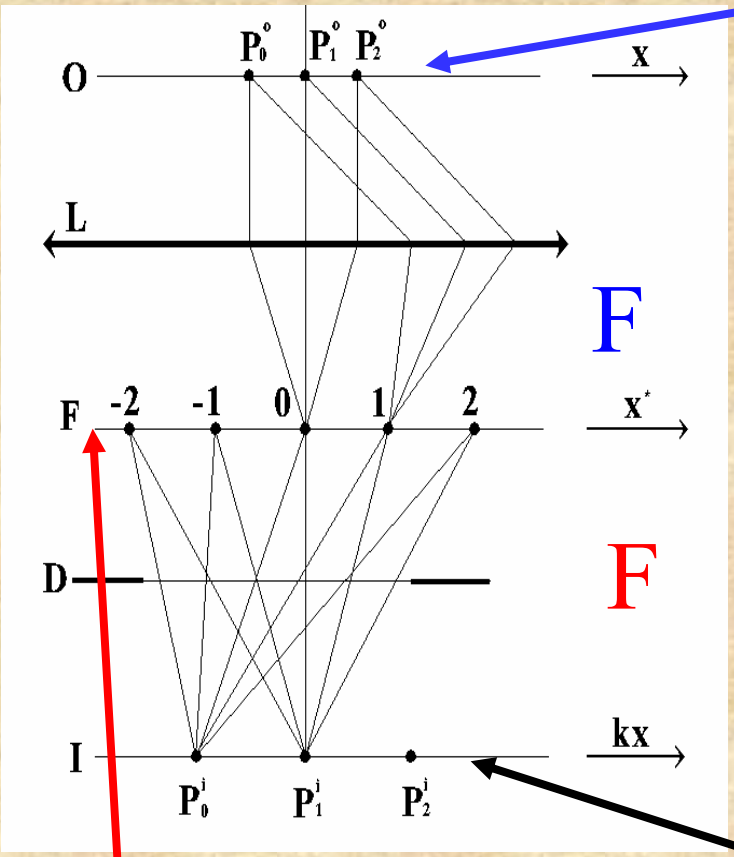
$$\mathrm{F}\{f(x)\} = F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx$$

$$f(kx) = \mathrm{F}^{-1} \cdot \left[\mathrm{F}\{f(x)\}\right] = \int_{-\infty}^{+\infty} F(u) \cdot e^{-2\pi i u x} dx$$

ФОРМИРОВАНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ В ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ

МИКРОСКОП, КАК ДИФРАКЦИОННЫЙ ПРИБОР. ИНТЕРПРЕТАЦИЯ АББЕ

Плоскость объекта



Схема, иллюстрирующая дифракционную природу изображения, формируемого линзой. O-плоскость объекта, L-линза, F-задняя фокальная плоскость линзы, где формируется дифракционная картина, названная Аббе "первичным изображением", D-апертурная диафрагма линзы, I-плоскость увеличенного "вторичного изображения"

$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)}$$

Здесь σ-константа взаимодействия; φ(x,y) -описывает изменение фазы, приобретаемое волной в различных точках *(x,y)* объекта. q(x,y) - носит название трансмиссионной функции объекта. Будем считать, что фазовый объект достаточно тонкий и, следовательно, величина фазового сдвига мала, т.е. $\varphi(x,y) \ll 1$, тогда можно записать $q(x,y) \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y)$

Плоскость изображения

Фокальная плоскость

$$Q\left(x^*, y^*\right) = \mathrm{F}\left\{q\left(x, y\right)\right\} = \mathrm{F}\left\{1 - e^{i\sigma\varphi(x,y)}\right\}$$

$$= \delta\left(x^*, y^*\right) - i\sigma\mathrm{F}\left\{\varphi\left(x, y\right)\right\} =$$

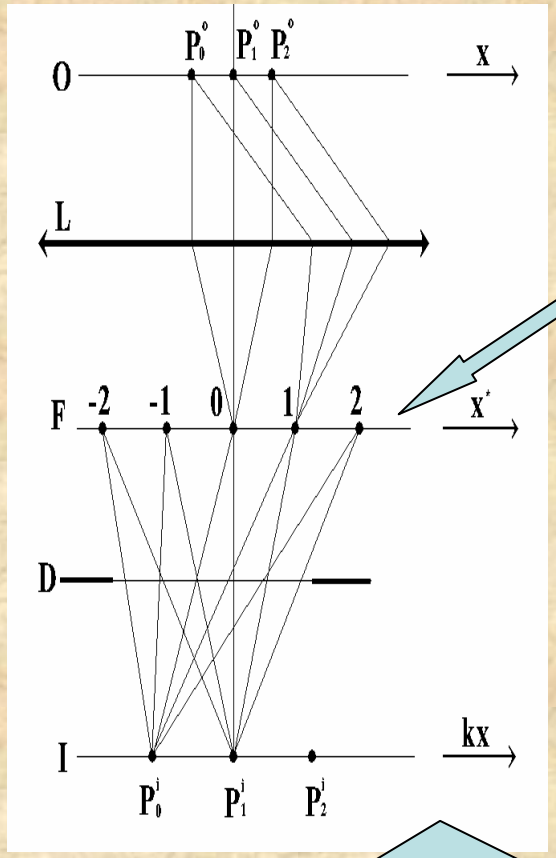
$$= \delta\left(x^*, y^*\right) - i\sigma\Phi\left(x^*, y^*\right)$$

здесь ; $x^* = \frac{\beta_x}{\lambda}, y^* = \frac{\beta_y}{\lambda}$ **-углы дифракции; λ-длина волны;** ***q(x,y)*** **- трансмиссионная функция тонкого фазового объекта;**

$\delta(x^*, y^*)$ **- дельта-функция Дирака;**

$\Phi(x^*, y^*)$ **- фурье-образ фазовой функции** $\varphi(x,y)$**.**

Идеальная линза (искажения отсутствуют)



$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)} \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

Фокальная плоскость

F_1

$$Q(x^*,y^*) = \mathrm{F}\{q(x,y)\} = \mathrm{F}\left(1 - e^{i\sigma\varphi(x,y)}\right) =$$
$$= \delta(x^*,y^*) - i\sigma\mathrm{F}\{\varphi(x,y)\}$$

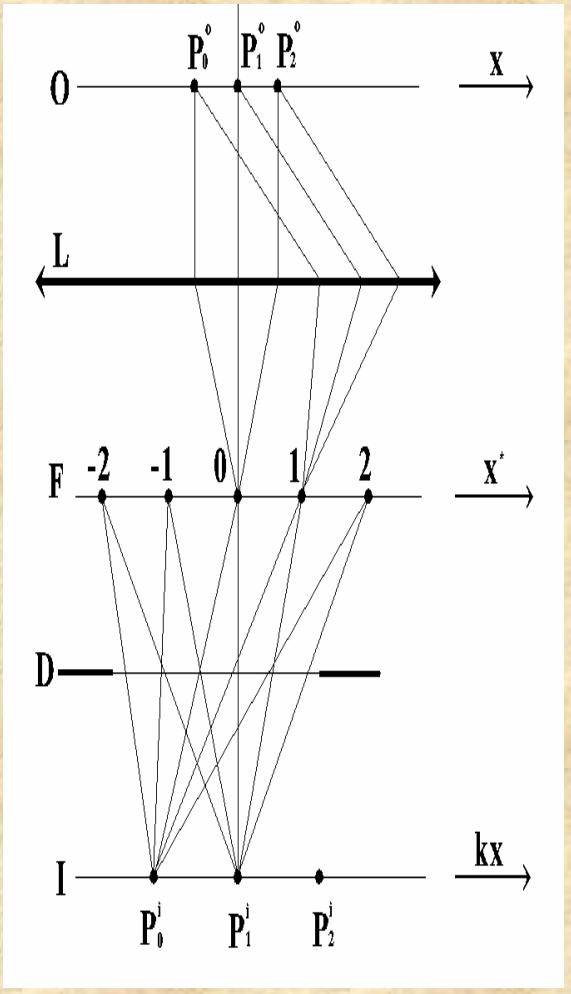
Плоскость изображения

F_2

$$\psi(x,y) = \mathrm{F}\{Q(x^*,y^*)\} = 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

$$\psi(x,y) \equiv \varphi(x,y)$$

Передача изображения реальной линзой (присутствуют аберрации)



$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)} \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

$$Q'(x^*,y^*) = Q(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} =$$

$$= \left[\delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\right]\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} =$$

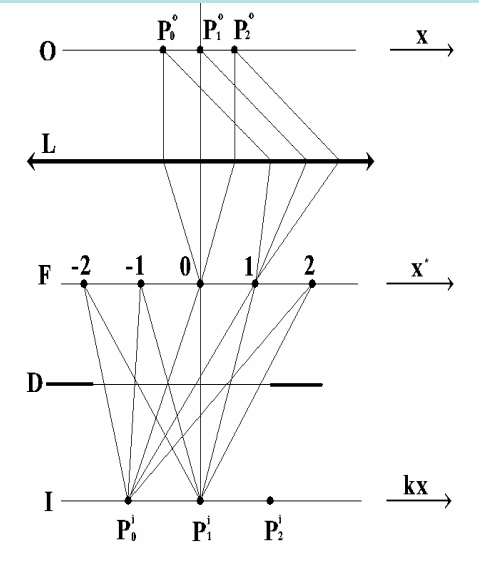
$$= \delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}$$

$$\psi(x,y) = \mathrm{F}\left\{Q(x^*,y^*)\cdot A(x,y)\cdot e^{i\chi(x,y)}\right\} =$$

$$= \mathrm{F}\left\{\delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}\right\}$$

$$= 1 - i\sigma\varphi(x,y) * \mathrm{F}\left\{A(x,y)\cdot e^{i\chi(x,y)}\right\} =$$

$$= 1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$



$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)} \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

$$Q(x^*,y^*) = \mathrm{F}\{q(x,y)\} = \mathrm{F}\left(1 - e^{i\sigma\varphi(x,y)}\right) =$$

$$= \delta(x^*,y^*) - i\sigma\mathrm{F}\{\varphi(x,y)\}$$

$$\psi(x,y) = \mathrm{F}\left\{Q(x^*,y^*)\right\} = 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

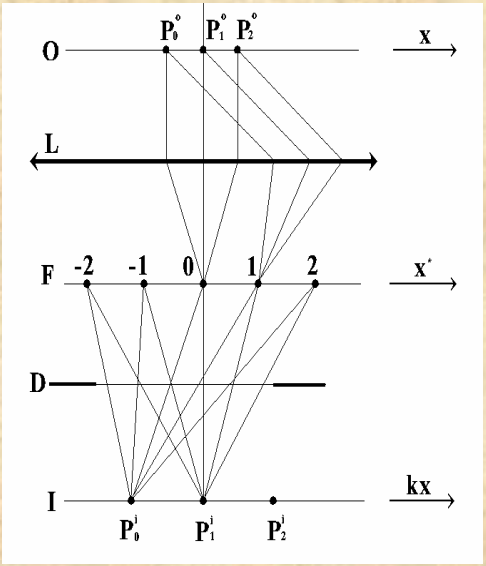
$$Q'(x^*,y^*) = Q(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} =$$

$$= \left[\delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\right]\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} =$$

$$= \delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}$$

$$\psi(x,y) = \mathrm{F}\left\{Q(x^*,y^*)\cdot A(x,y)\cdot e^{i\chi(x,y)}\right\} = \mathrm{F}\left\{\delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}\right\}$$

$$= 1 - i\sigma\varphi(x,y) * \mathrm{F}\left\{A(x,y)\cdot e^{i\chi(x,y)}\right\} = 1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$



$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)} \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y)$$

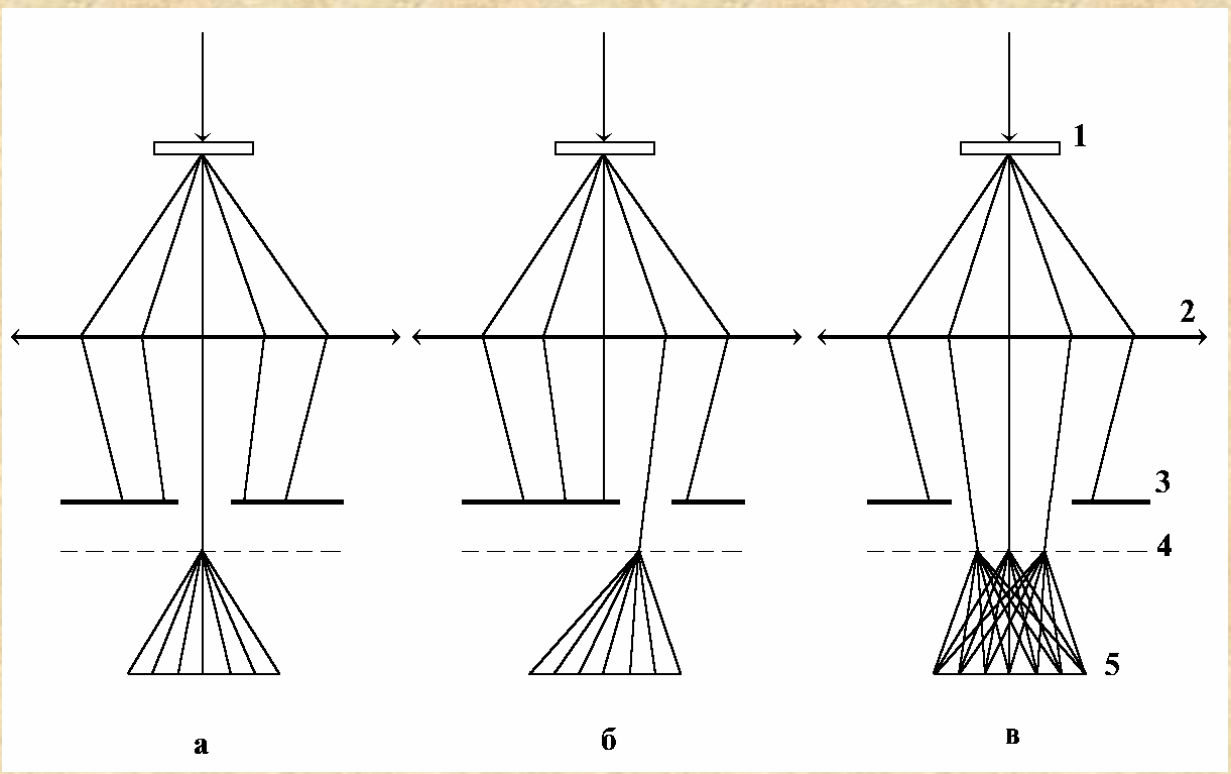
$$Q'(x^*,y^*) = Q(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} =$$

$$= \delta(x^*,y^*) - i\sigma\Phi(x^*,y^*)\cdot A(x^*,y^*)\cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}$$

$$\psi(x,y) = \mathrm{F}\left\{Q(x^*,y^*)\cdot A(x,y)\cdot e^{i\chi(x,y)}\right\} = 1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$

$S(x,y)$ ⟹ **Передаточная функция оптической системы**

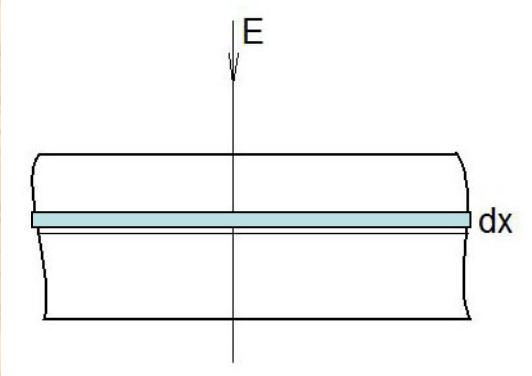
$$\psi(x,y) = 1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$



Участие различных дифракционных пучков в формировании дифракционного изображения в электронном микроскопе. Изображение формируется только за счет нулевого пучка -а) (светлопольное изображение); б) изображение формируется только за счет одного из боковых дифракционных максимумов (темнопольное изображение); в) изображение формируется в результате интерференции нескольких дифракционных пучков (высокое разрешение). 1-образец; 2-объективная линза; 3-апертурная диафрагма; 4-дифракционное изображение объекта в фокальной плоскости линзы; 5 - восстановленное изображение объекта в "плоскости объекта".

ТОНКИЙ ФАЗОВЫЙ ОБЪЕКТ В ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Распределение электрического потенциала внутри этой пластины описывается функцией *V(x,y,z)*. Длина волны падающих электронов в пучке электронного микроскопа в вакууме задается выражением



$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}}$$

При движении электронов внутри кристалла следует учитывать дополнительное электрическое поле *V(x,y,z)=**V(r),*** существующее в кристалле за счет распределения электрических зарядов, и тогда выражение, определяющее длину волны электронов, будет иметь вид

$$\lambda' = \frac{h}{\sqrt{2me(E+V(\mathbf{r}))}}$$

Следовательно дополнительная разность фаз, приобретаемая электронами при прохождении слоя вещества толщиной *dz,* должна определяться, как

$$d\chi(\mathbf{r}) = 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda'} - 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda} = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda}\left(\frac{\lambda}{\lambda'} - 1\right)$$

Написанное выражение для изменения фазы можно упростить, учитывая, что *E>>**V(r)***

$$d\chi(r) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{\frac{E + V(\mathbf{r})}{E}} - 1 \right) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{1 + \frac{V(\mathbf{r})}{E}} - 1 \right) =$$

$$= \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(1 + \frac{1}{2} \cdot \frac{V(r)}{E} - 1 \right) = \frac{\pi}{\lambda E} V(x, y, z) dz$$

$$d\chi(x, y, z) = \sigma V(x, y, z) \cdot dz \qquad \sigma = \frac{\pi}{\lambda E}$$

φ

Полная фаза, набегаемая пучком электронов при прохождении всего кристалла толщиной *t*, будет определяться интегрированием написанного выше выражения по всей толщине кристалла т.е.

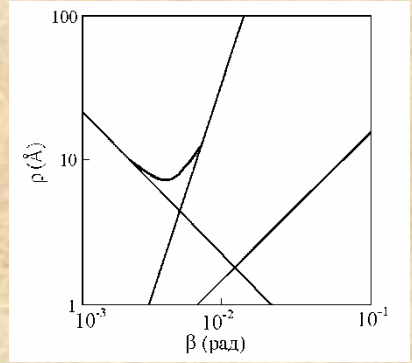
$$\chi(x, y) = \sigma \int_0^t V(x, y, z) dz = \sigma \varphi(x, y)$$

Таким образом функция $\varphi(x, y)$ представляет собой проекцию распределения электрического потенциала *V(x,y,z)* внутри кристалла толщиной *t* на плоскость *(x,y)* перпендикулярную направления движения электронов. С другой стороны из электродинамики известно, что электрический потенциал *V(x,y,z)* связан с распределением электронной плотности в кристаллической решетке уравнением Пуассона $\mathbf{div} V(\mathbf{r}) = 4\pi\rho(\mathbf{r})$

АНАЛИЗ ПЕРЕДАТОЧНОЙ ФУНКЦИИ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Передаточная функция интегрирует в себе различного рода ошибки оптической системы при передаче и формировании изображения объекта. Любая оптическая система будет вносить искажения, как в амплитуду, так и в фазу проходящей волны. Основными ошибками оптических систем являются дифракционная, сферическая, хроматическая аберрации, ошибки, вносимые расходимостью пучка и дефокусировкой

Дифракционная ошибка	$\rho_A = \frac{0.61\lambda}{\beta_A}$	χ_A
Сферическая аберрация	$\rho_S = C_S \cdot \beta^3$	$\chi_S = 0.5\,\pi C_S \cdot \frac{\beta^4}{\lambda}$
Хроматическая аберрация	$\rho_{\tilde{n}} = \Delta f \cdot \beta$ $\Delta f = C_c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I}{I}\right)^2}$	χ_C
Ошибка дефокусировки	$\rho_D = \varepsilon\beta$	$\chi_D = \pi\varepsilon\frac{\beta^2}{\lambda}$



Зависимость амплитудной части разрешения микроскопа от апертурного угла

$$\rho = \sqrt{\rho_A{}^2 + \rho_s{}^2 + \rho_c{}^2 + \rho_D{}^2}$$

$$\chi(\beta) = \chi_s(\beta) + \chi_D(\beta) = 0.5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon \frac{\beta^2}{\lambda}$$

$$S(x,y) = F\left\{ A(\beta) \cdot e^{i\left(0{,}5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^2}{\lambda}\right)} \right\}$$

$$S(x,y) = F\left\{ A(\beta) \cdot \cos\left(0{,}5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^2}{\lambda}\right) \right\} + F\left\{ iA(\beta) \cdot \sin\left(0{,}5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^2}{\lambda}\right) \right\}$$

Пример расчета трансмиссионной функции для электронного микроскопа JEOL 4000

$j := 0..200$

$\beta_j := 0.0001j$ Угловая апертура

$Cs := 0.1\ 10^8$ Коэффициент сферической аберрации

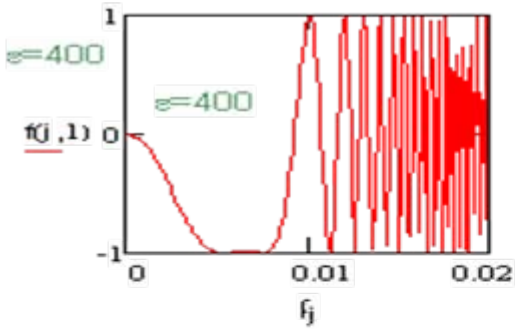
$\lambda := 0.0164$ Длина волны

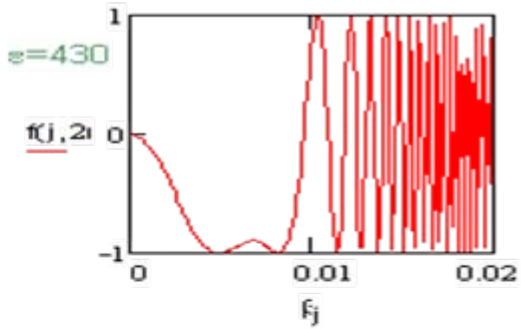
$l := 0..13$

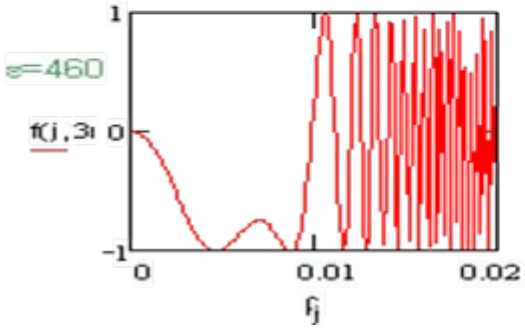
$\varepsilon_l := 400 + 30 \cdot l$ Дефокусировка

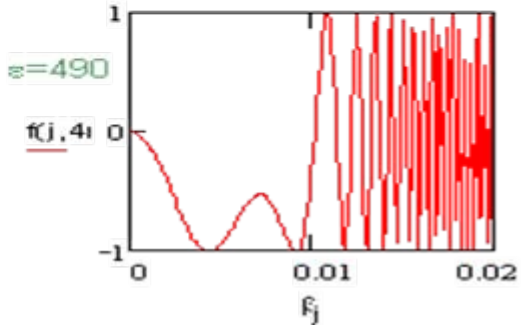
$$f(j,l) = \sin\left(\pi \cdot \left[0.5\, Cs \frac{(\beta_j)^4}{\lambda} - \varepsilon_l \cdot \frac{(\beta_j)^2}{\lambda}\right]\right)$$

Трансмиссионная функция







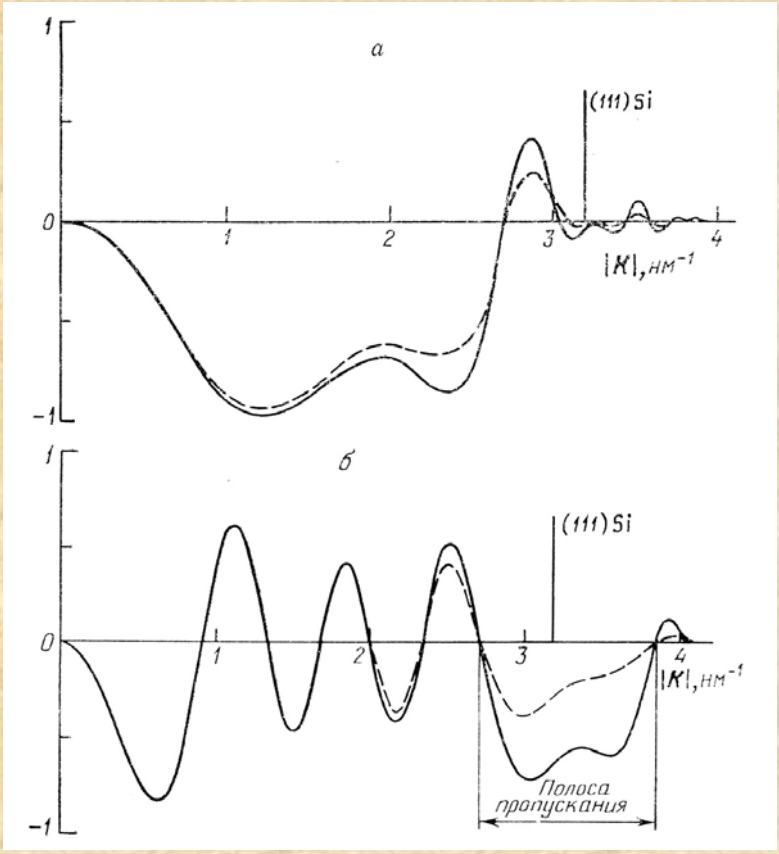


Вид передаточной функции, рассчитанный для нескольких значений дефокусировки. Коэффициент сферической аберрации Cs=108Å, длина волны =0.0164Å (соответствует рабочему напряжению 400kV, апертурный угол измеряется в радианах).

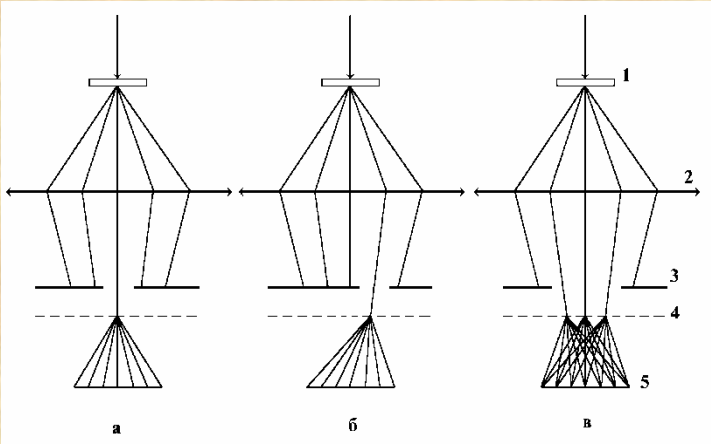
рассчитанные зависимости $\sin \chi(\beta, \varepsilon)$ для различных значений дефокусировки . Анализ поведения этой зависимости показывает, что при определенных значениях величины дефокусировки на зависимости наблюдается достаточно широкая область значений апертурного угла , где функция $\sin[\chi(\beta, \varepsilon)] \approx -1$, соответственно в этой же области функция

$$\cos[\chi(\beta, \varepsilon)] \approx 0$$

ввиду близости аргумента к $\pi/2$. Это означает, что фазовый множитель в передаточной функции при определенных значениях дефокусировки мало отличается от *-1* в некотором интервале апертурного угла . Если учесть при этом, что апертурная функция $A(\beta)$ описывает действие апертурной диафрагмы и внутри этой области апертурного угла является константой, передаточная функция в этой области апертурного угла $S(\beta, \varepsilon) \approx -1$ Область дефокусировок, при которых это происходит, получила название по имени автора этого исследования, дефокусировки Шерцера. Таким образом, подбирая величину дефокусировки, можно в некоторых пределах скомпенсировать фазовую ошибку, связанную со сферической аберрацией, и добиться предельного разрешения прибора. Эта методика и лежит в основе получения высокого разрешения в электронной микроскопии.



Передаточная функция современного 100-кВ электронного микроскопа, характеризуемого C_s=2,2 мм и расходимостью пучка электронов $\theta C=0{,}9\times10^{-3}$ рад. На рисунках а и б представлены соответственно случаи n=0, шерцеровскийфокус, Δf=-110,4 нм) и n=3 (Δf=-331,5 нм). В случае (а) «полоса пропускания» простирается от *u=0* до величины предела разрешения прибора по точкам. В случае (б), как это показано на рисунке, положение полосы пропускания сдвинуто вправо. Сплошные кривые построены для случая максимального смещения на пушке (D=5,4 нм), а штриховые - для минимального смещения (ток пучка макси-мален, D=12,0 нм). Уменьшение напряжения смещения на пушке приводит к затуханию более высоких пространственных частот. Заметим, что число n равно количеству минимумов передаточной функции, предшествующих полосе пропуска-ния. На графике указано положение брэгговского рефлекса (111). Видно, что рефлекс находится за пределом разрешения микроскопа по точкам.



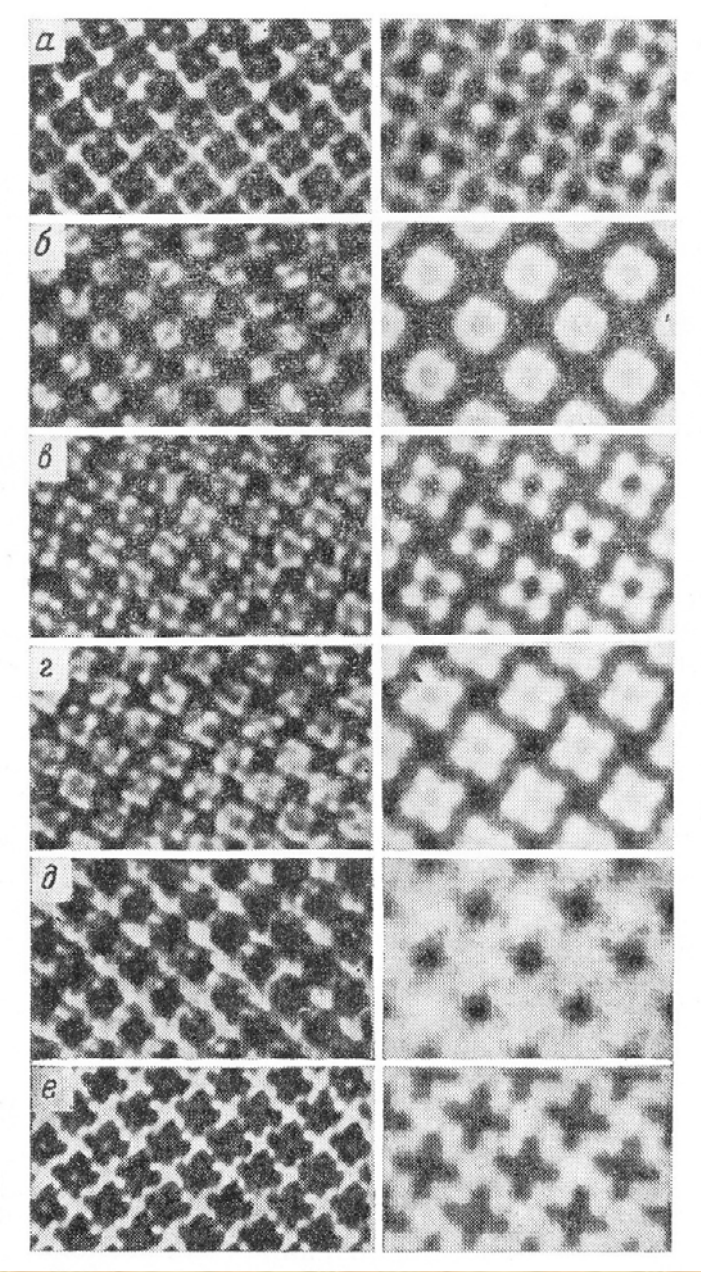
Участие различных дифракционных пучков в формировании дифракционного изображения в электронном микроскопе.

а) Изображение формируется только за счет нулевого пучка (светлопольное изображение);

б) изображение формируется только за счет одного из боковых дифракционных максимумов (темнопольное изображение);

в) изображение формируется в результате интерференции нескольких дифракционных пучков (высокое разрешение)

1-образец;
2-объективная линза;
3-апертурная диафрагма;
4-дифракционное изображение объекта в фокальной плоскости линзы;
5-восстановленное изображение объекта в "плоскости объекта"

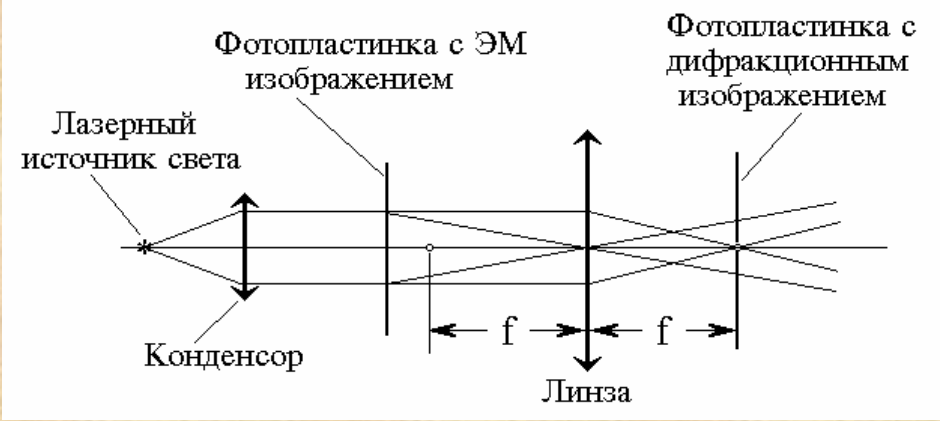


Расчетные (правая колонка) и экспериментальные (левая колонка) изображения структуры кристалла $GeNb_9O_{26}$. полученные при различных дефокусировках. Экспериментальные и теоретические изображения были получены при следующих значениях дефокусировки, измеряемой в нанометрах:

(а) -10 -10;
(б) -45, -42,5;
(в) -70, -70;
(г) -95, -97,5;
(д) -120, -117,5;
(е) -150, -150

Изображение (в) получено при оптимальной дефокусировке и его можно сразу интерпретировать на языке кристаллической структуры. При проведении расчетов расходимость падающего пучка не учитывалась. (Объективная диафрагма принималась равной 2,63 $нм^{-1}$, а C_s=1,8 мм. Небольшие различия между расчетными и экспериментальными значениями дефокусировки могут возникать из-за вибраций, создаваемых механизмом перемещения фотопластинок.

МЕТОД ОПТИЧЕСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДАТОЧНОЙ ФУНКЦИИ

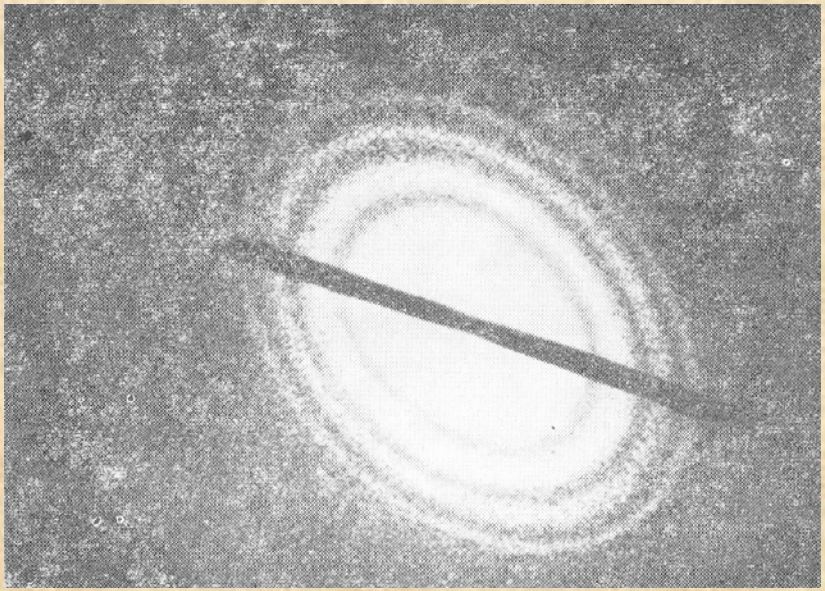


$$I(x,y) = \left|1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)\right|^2 = 1 - 2\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$

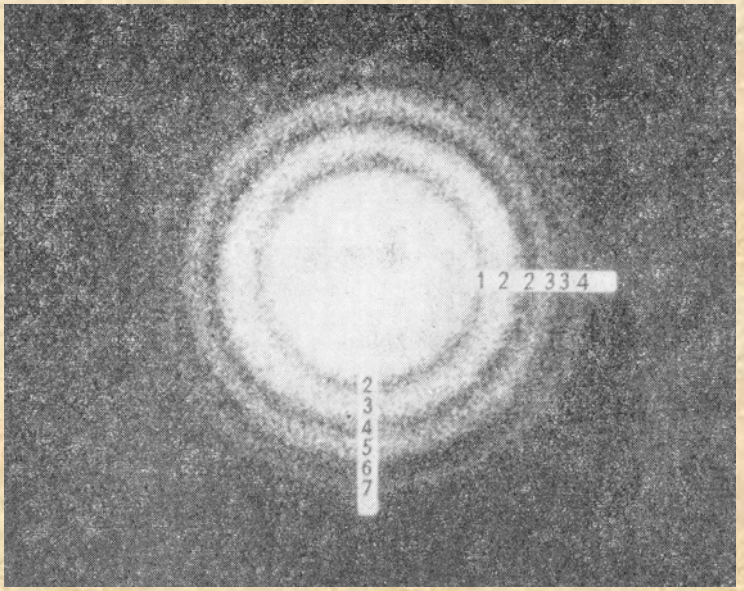
$$F\{I(x,y)\} = \mathbf{F}\{1 - 2\sigma\varphi(x,y) * \mathbf{S}(x,y)\} = \delta(x^*, y^*) - 2\sigma\mathbf{F}\{\varphi(x,y) * \mathbf{S}(x,y)\} =$$

$$= \delta(x^*, y^*) - 2\sigma \cdot \mathbf{F}\{\varphi(x,y)\} \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}$$

$$I'(x^*, y^*) = \delta(x^*, y^*) + 4\sigma^2 \cdot \left[\mathbf{F}\{\varphi(x,y)\}\right]^2 \cdot \left[\mathbf{F}\{S(x,y)\}\right]^2$$

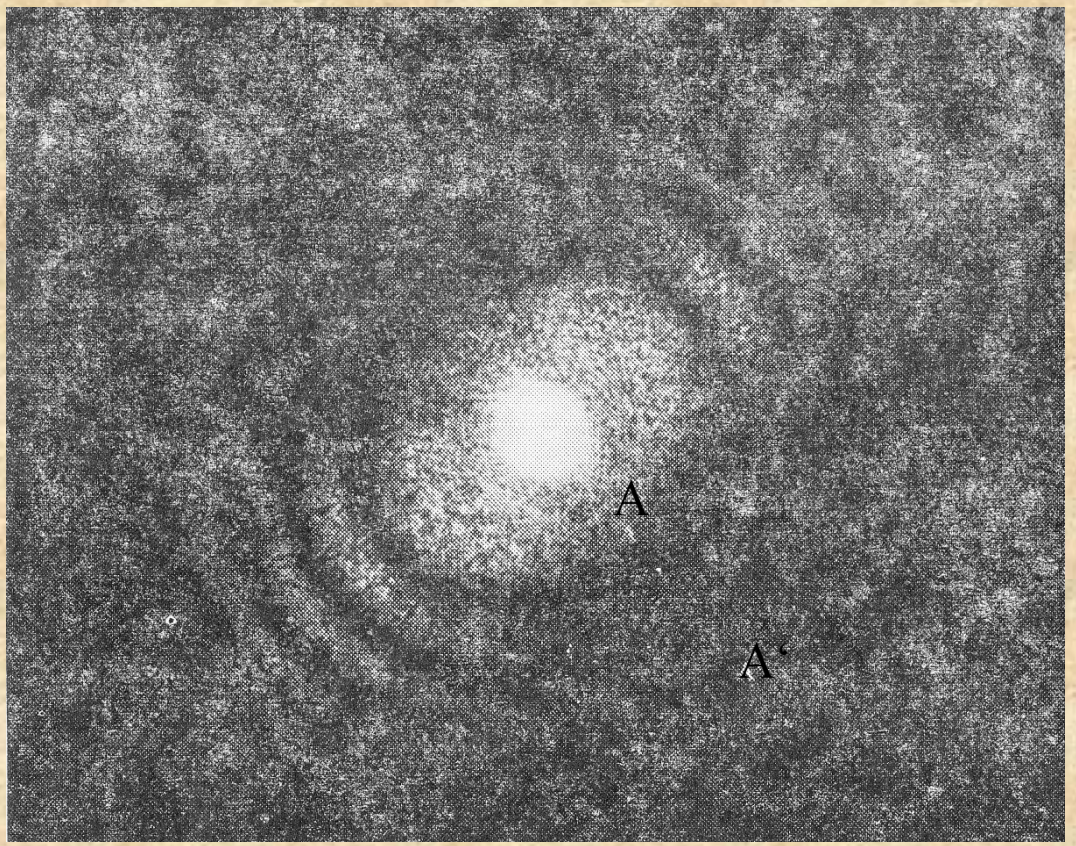


а



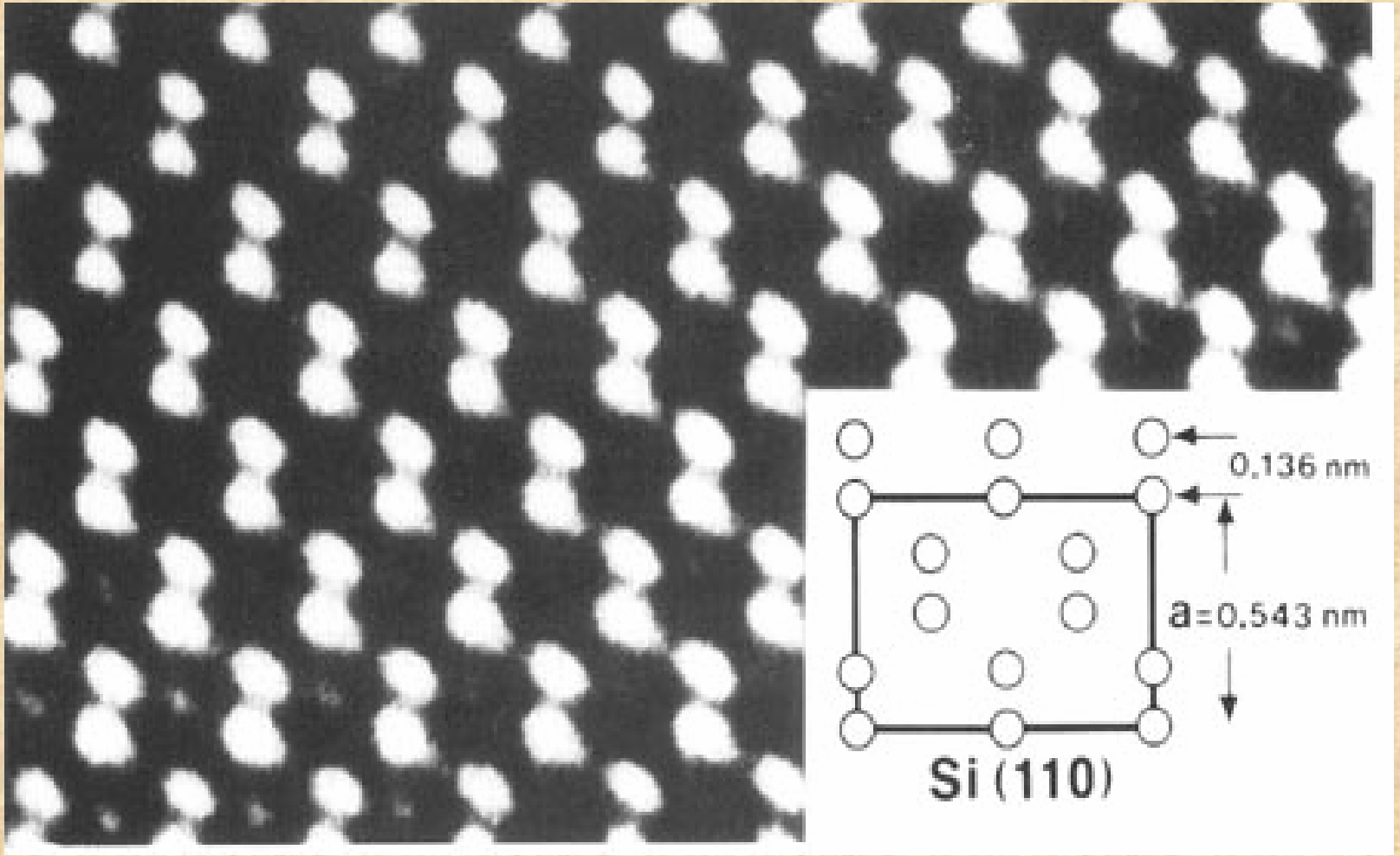
б

Оптическая дифрактограмма от электронной микрофотографии топкой аморфной углеродной пленки. Электронное изображение –а) было получено при неправильно установленном стигматоре, что привело к эллиптическому искажению приведенной оптической дифракционной картины. Полоса, проходящая через картину, представляет собой заслонку центрального пучка, используемую для исключения центрального светлого пятна из изображения.



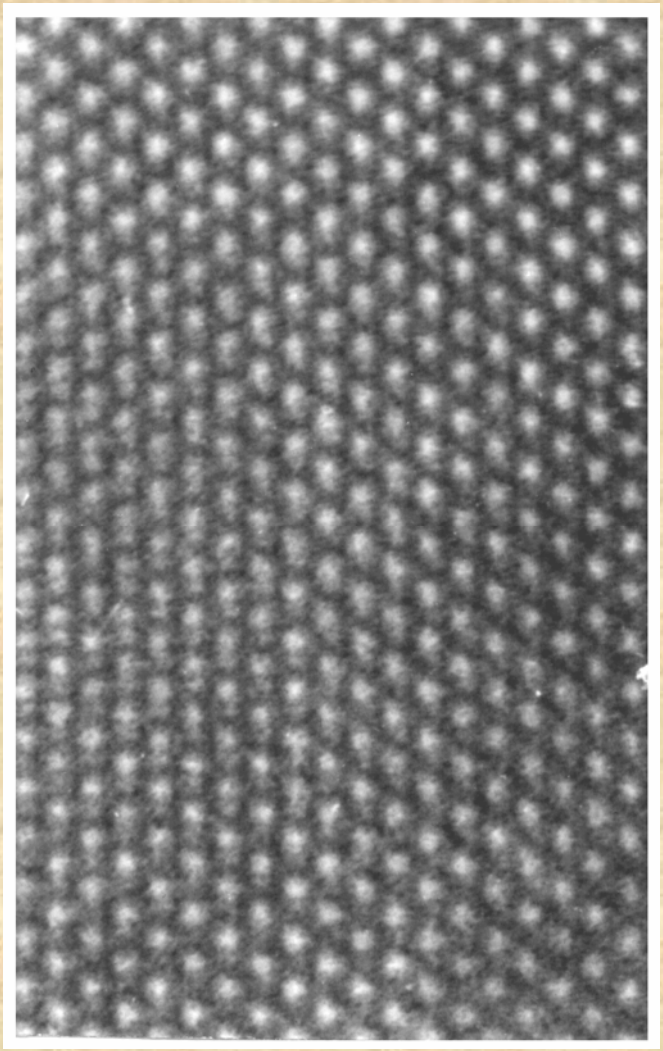
Оптическая дифракционная картина микрофотографии аморфной углеродной пленки. В процессе экспозиции образец смещался. Движение образца происходит в направлении *A A'* под прямым углом к направлению максимального контраста колец и приводит в результате к снижению контраста вдоль этой линии

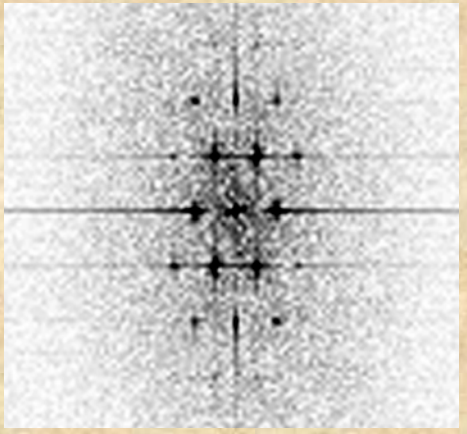
Примеры применения электронной микроскопии высокого разрешения (HREM)

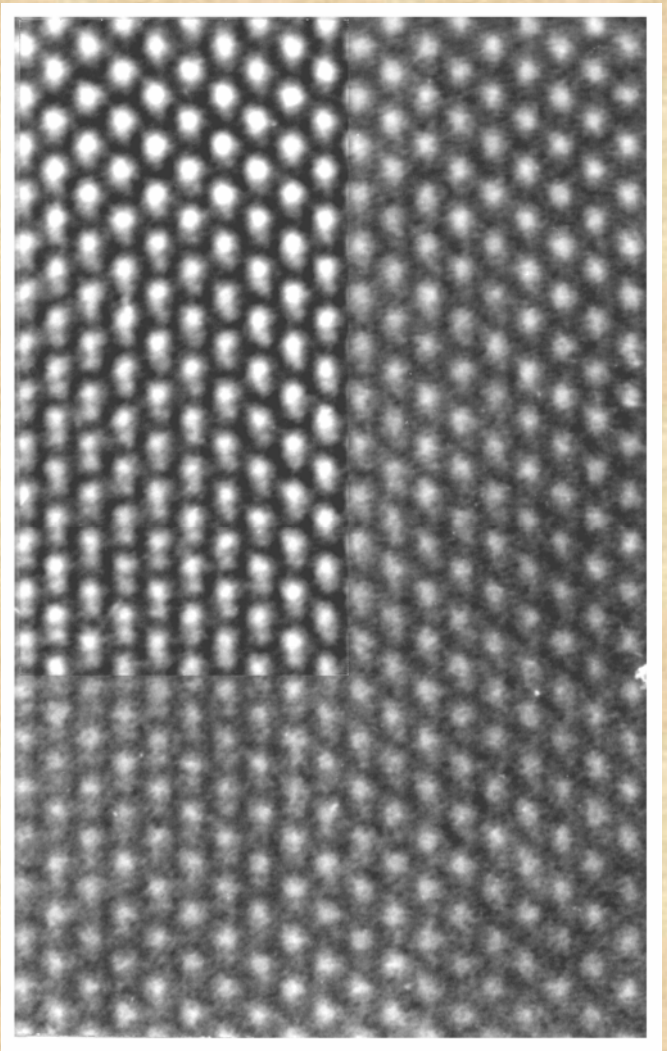


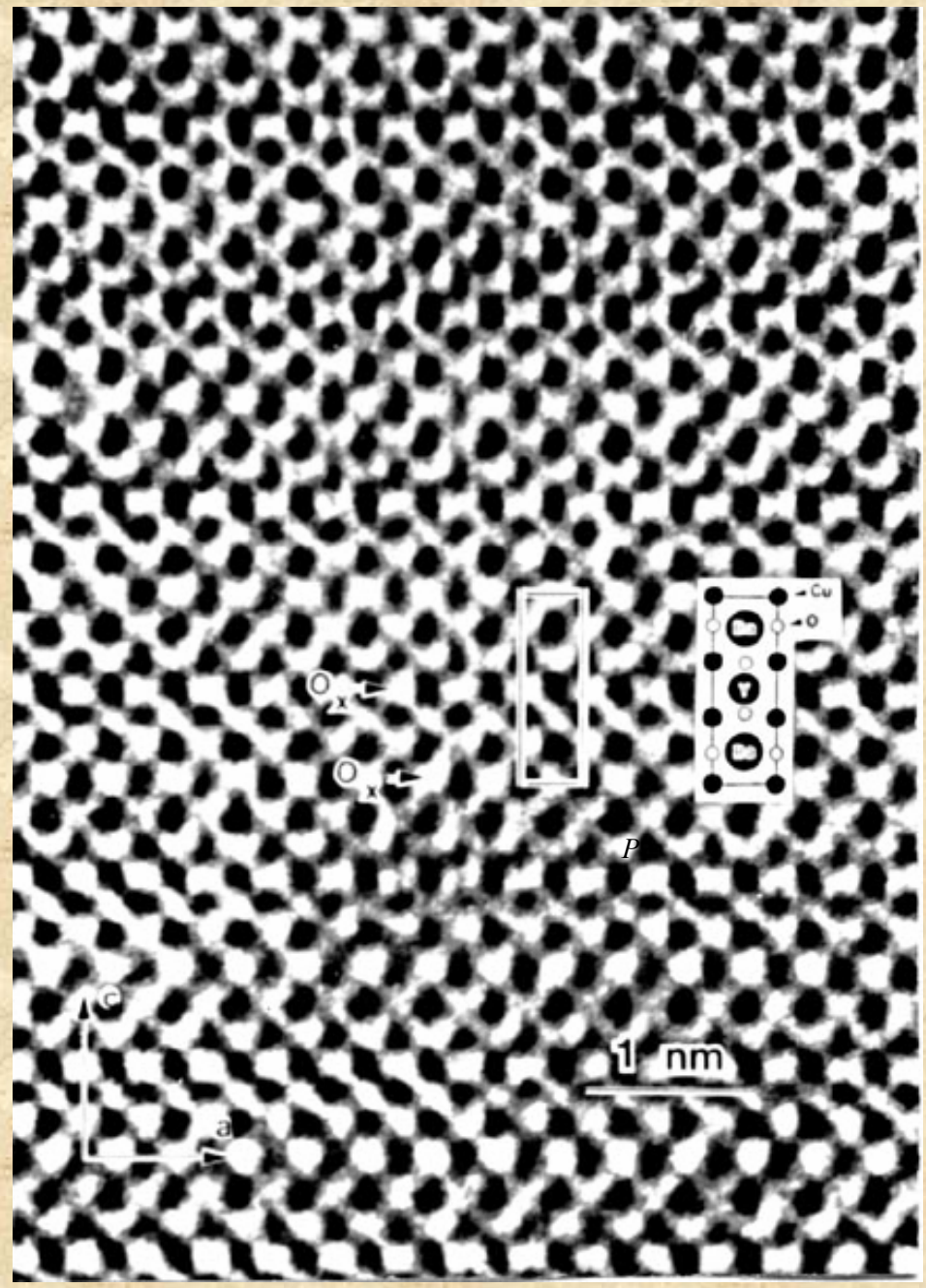
Изображение решетки кремния вдоль направления <110>. Толщина кристалла 150Å, дефокусировка 1140Å, светлые пятна соответствуют атомным колонкам. Изображение очищено от шума. На врезке показано расположение атомов в элементарной ячейке кремния и приведены некоторые характерные межатомные расстояния.

Очистка изображения от шумов

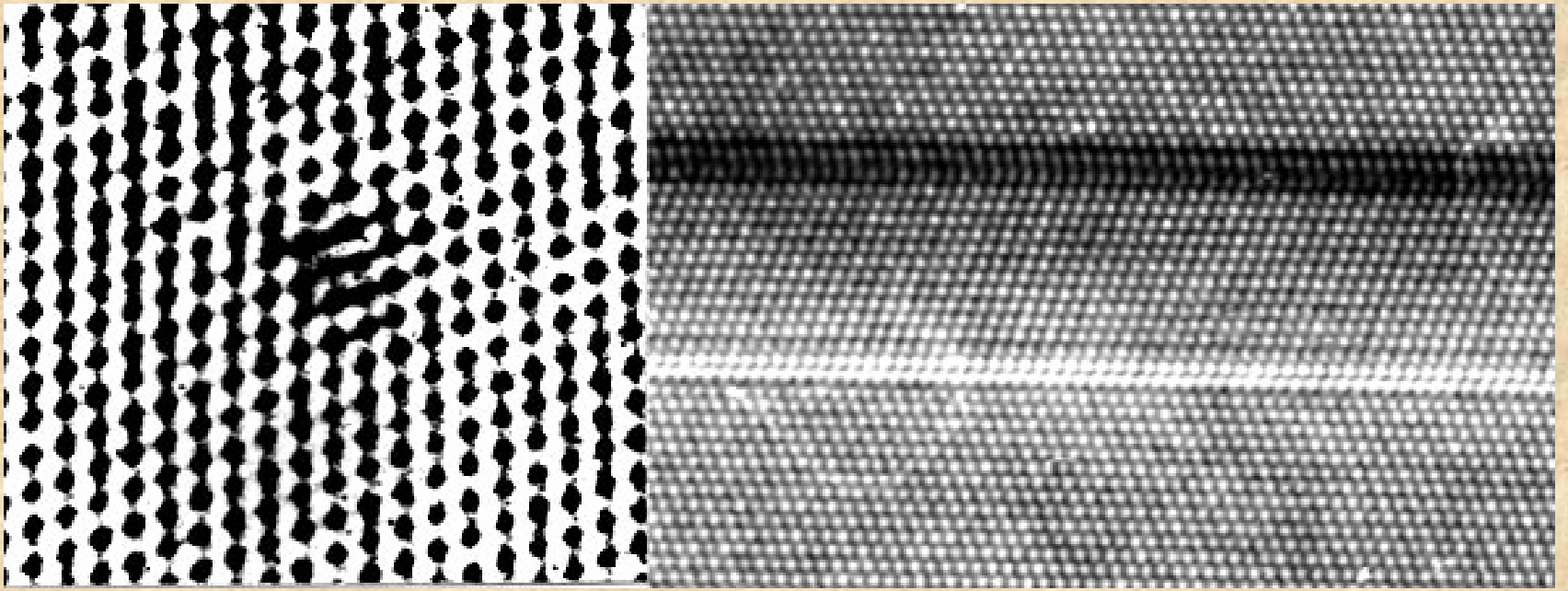






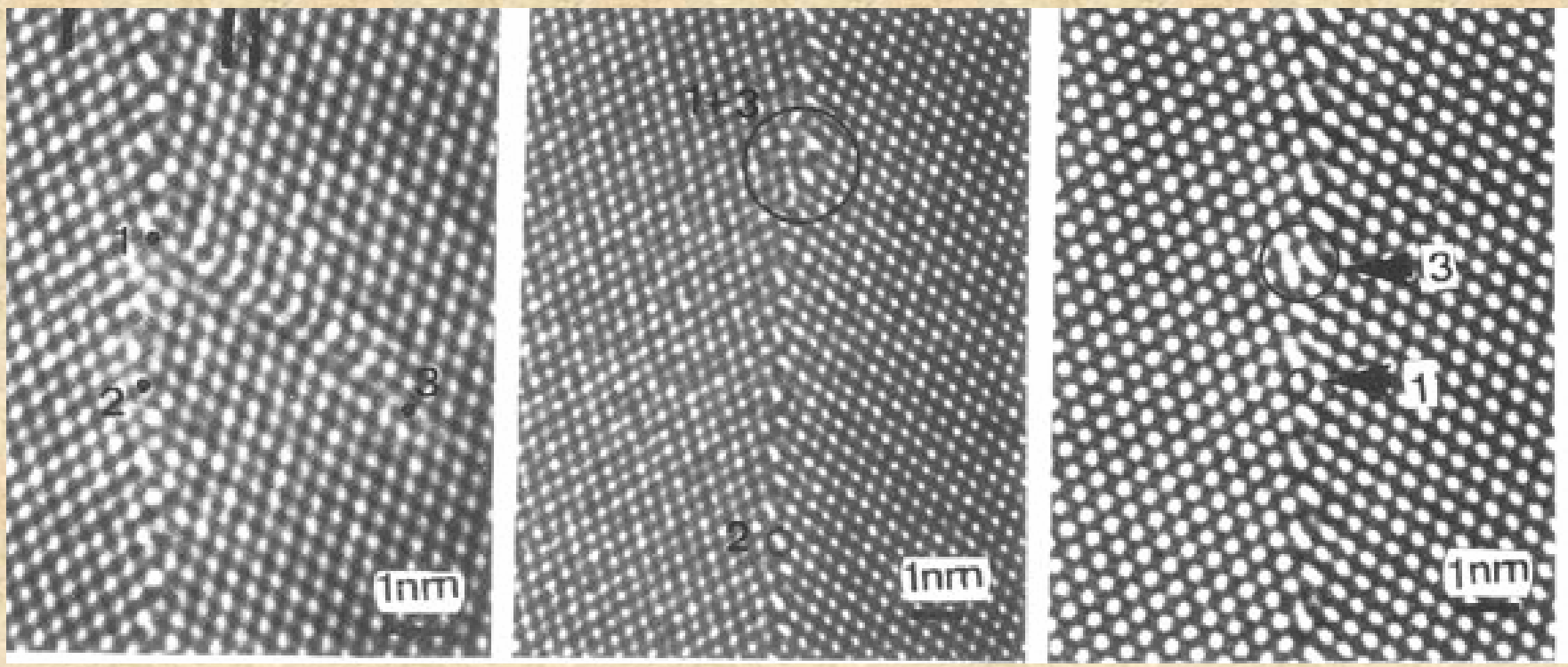


Изображение структуры монокристалла $YBa_2Cu_3O_{6.74}$, вдоль направления оси b. На вставке показана проекция модели структуры. Светлые пятна обозначенные O_x указывают положения вакансий кислорода.



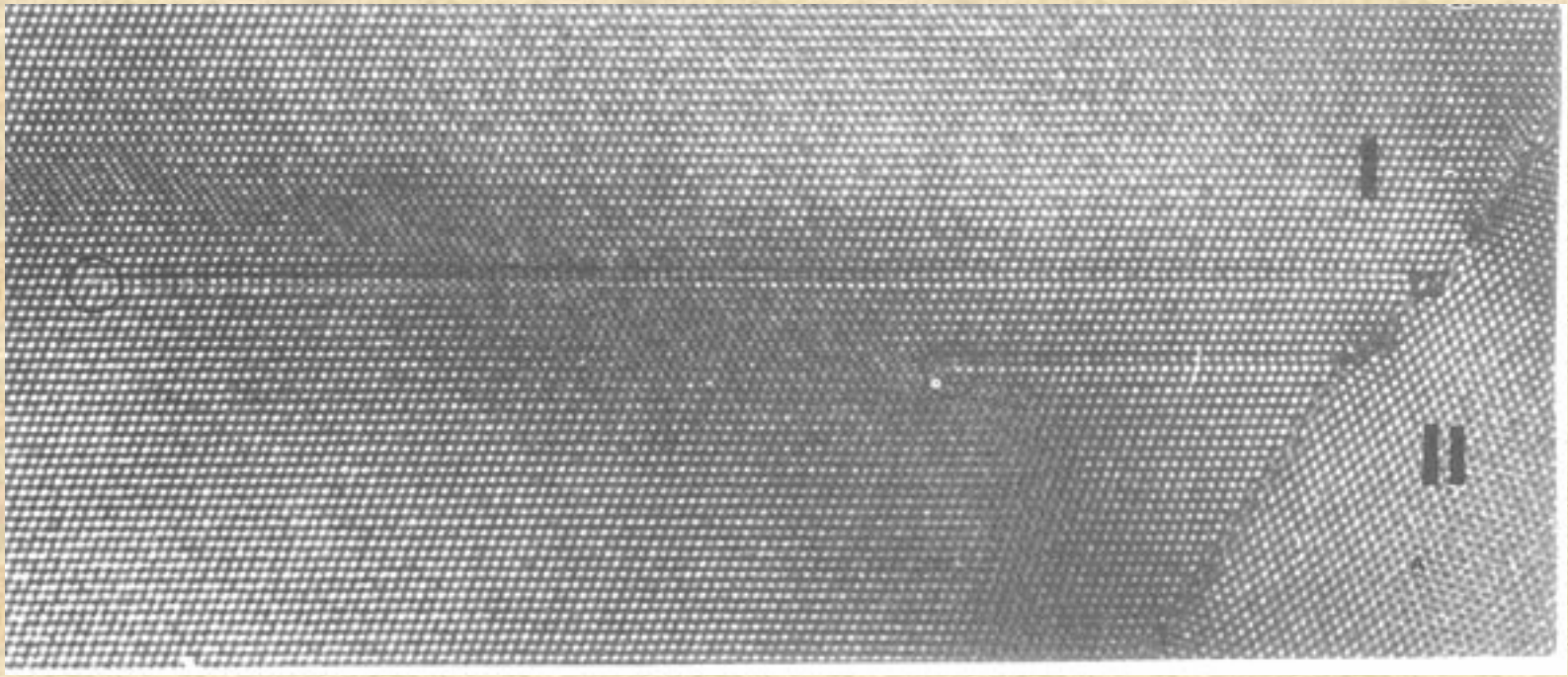
а б

а)- Изображение ядра краевой дислокации в монокристалле германия;
б)- Двойниковые прослойки в монокристаллах кремния образующиеся при деформации

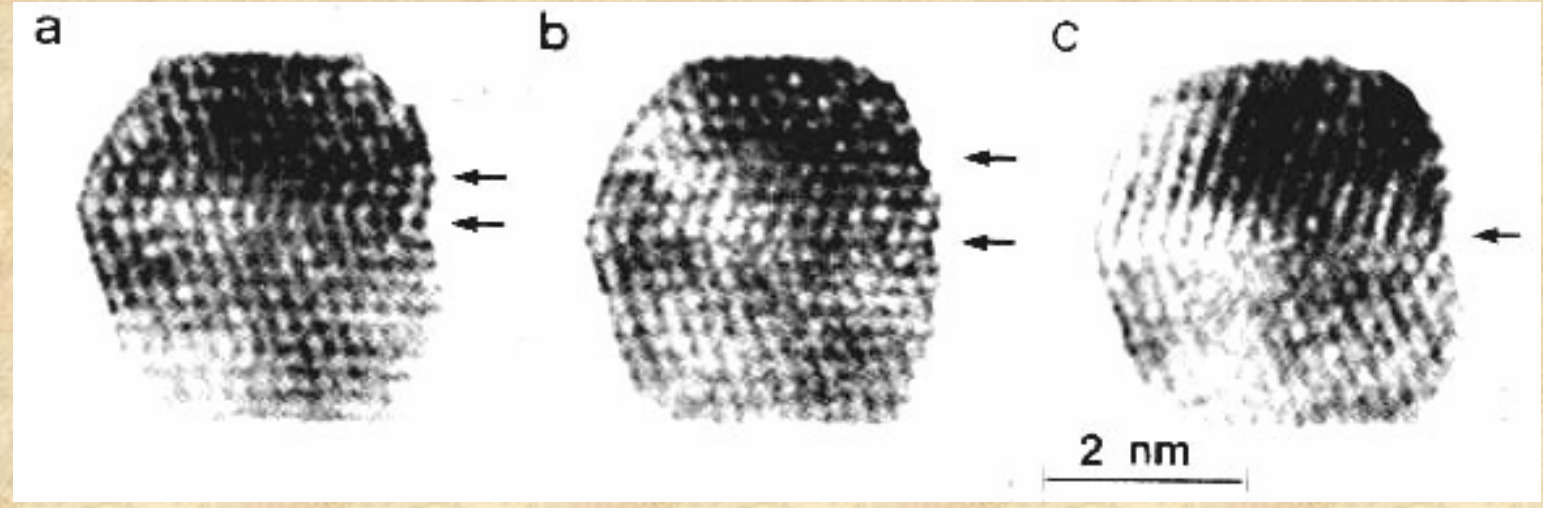


а б в

а)-Взаимодействие 60-градусной дислокации с межзеренной границей в кремнии. [1]+[2] - диссоциировавшая в границе 90-градусная частичная дислокация. [3] -30-градусная частичная дислокация;
б)-Слияние дислокаций [1]+[3], дислокация [2] перемещается в плоскости границы;
в)-Дислокация [1]+[3] диссоциирует в межзеренной границе на закрепленную -[3]-дислокацию и скользящую -[1} дислокацию



Испускание двух 30-градусных дислокаций в результате диссоциации закрепленной в межзеренной границе дислокации b_r



Высокоразрешающее изображения частички золота, снятые с интервалом 0.5сек. Ось зоны [110] перпендикулярна плоскости рисунка. Наблюдается динамика изменений двойниковой прослойки в средней части кластера

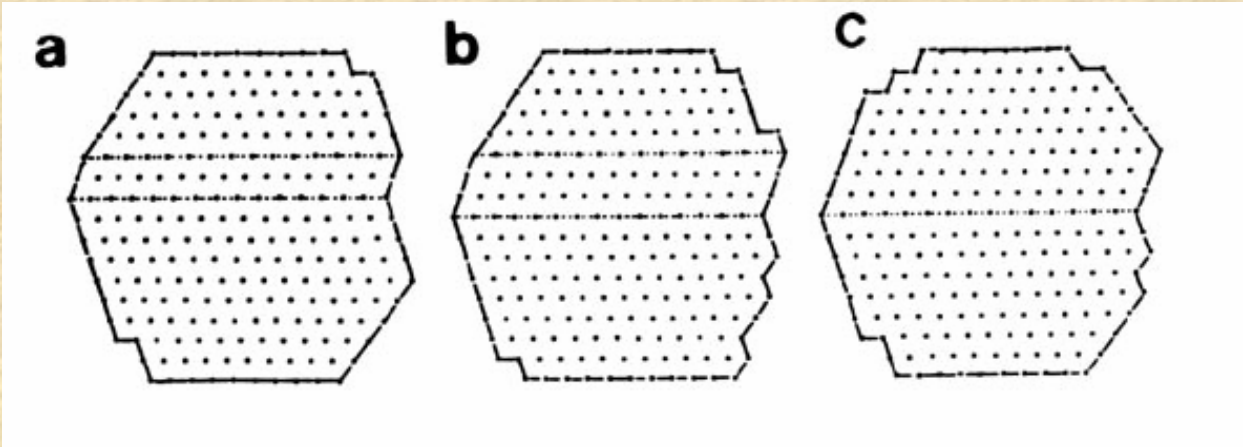
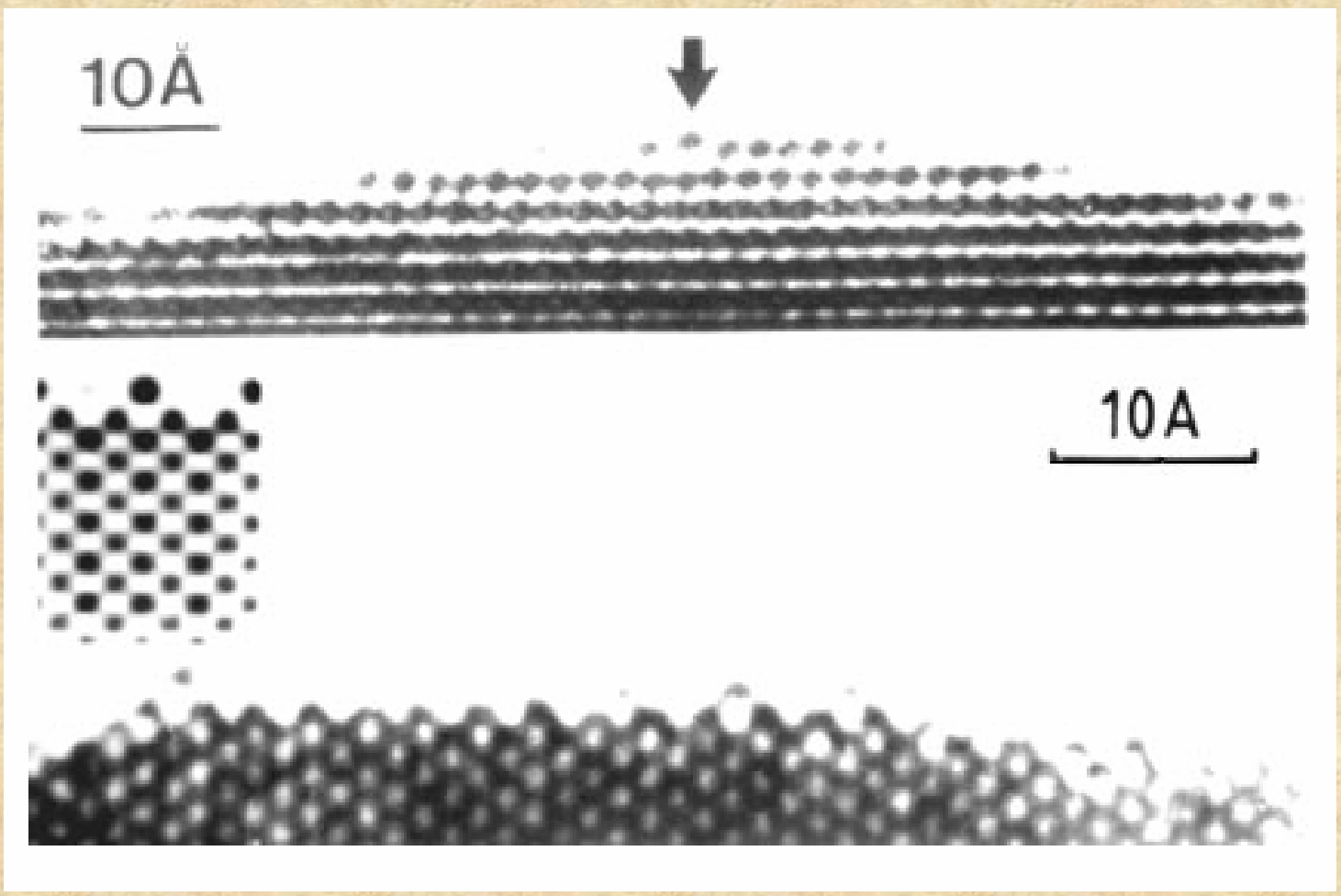


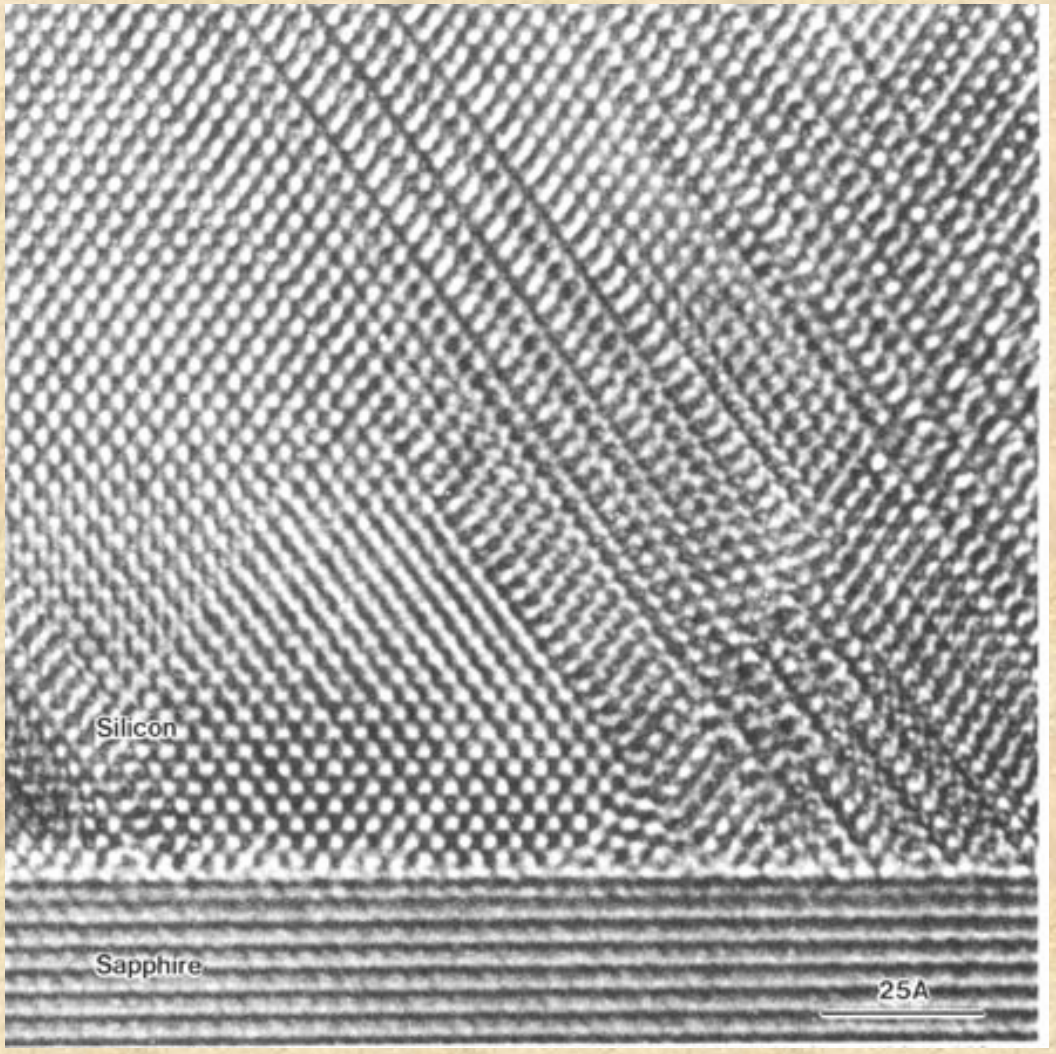
Схема иллюстрирующая модель изменений двойниковой прослойки.

а

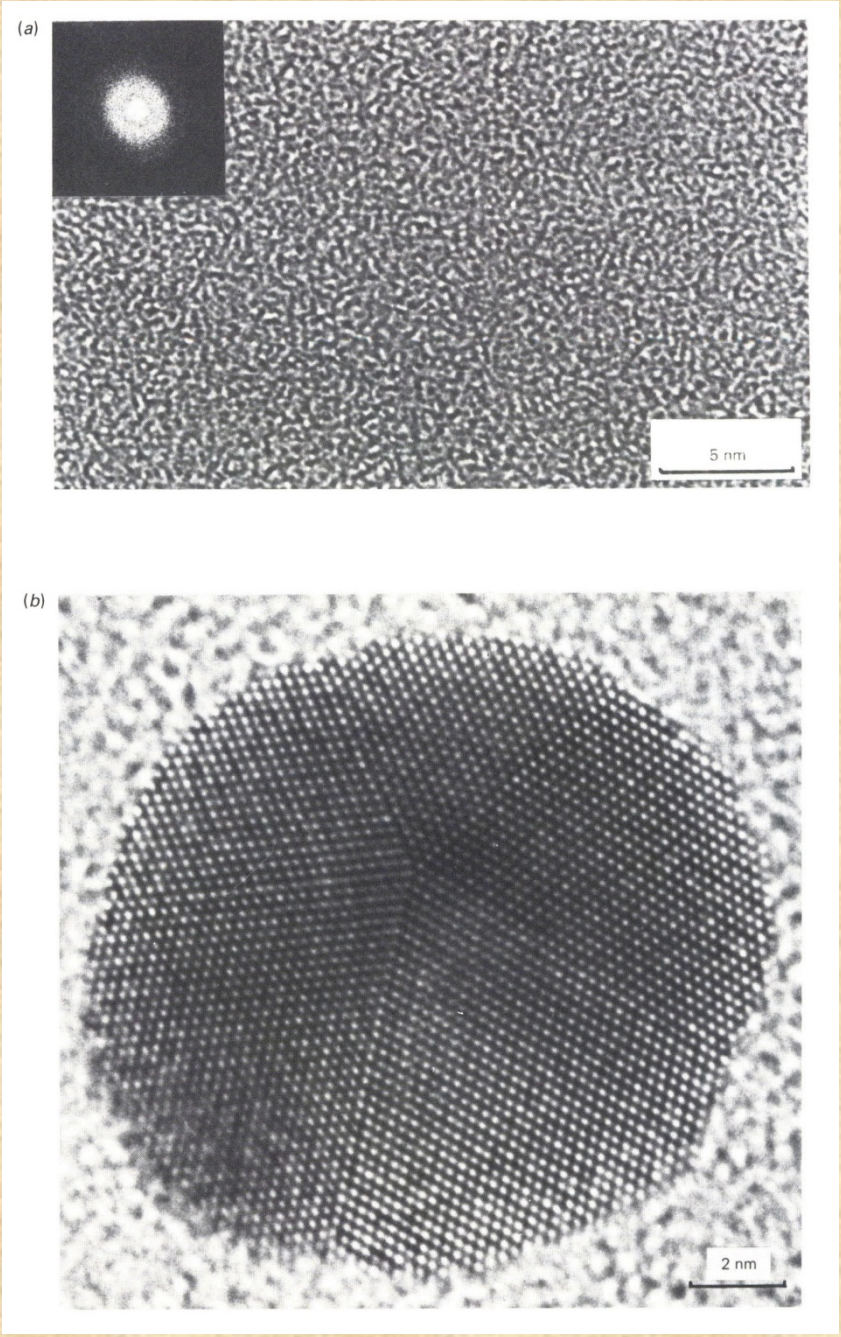
б



а)-электронномикроскопическое изображение поверхности (111) золота. Видны ступеньки на поверхности, стрелкой отмечена поверхностная дислокация Шокли; б)-реконструкция области поверхности (110) золота. На врезке в левом верхнем углу показано рассчитанное на ЭВМ соответствующее изображение



ЭМ изображение высокого разрешения поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. Ось <110> решетки кремния параллельна оптической оси микроскопа



Частичка золота диаметром около 6-7 nm на поверхности углеродной пленки

ЛИТЕРАТУРА

1. М.Борн,Э.Вольф, Основы оптики,
Москва, Наука, 1970,с.856
2. Дж.Каули, Физика дифракции,
Москва, Мир, 1990,с.432
3. Г.Пейн, Физика колебаний и волн,
Москва, Мир, 1979,390
4. Н.И.Калитеевский, Волновая оптика,
Москва, Наука, 1971,с.376
5. Дж.Гудмен, Введение в Фурье-оптику,
Москва, Мир,1970,с.364
6. Приборы и методы физического металловедения,
под ред. Ф.Вейнберга,
Москва, Мир, 1973,Т.1,2
7. I. Watt, The Principles and Practice of Electron Microscopy,
Cambridge University Press,1985,p.303
8. П.Хирш, А.Хови, Р.Николсон, Д.Пэшли, М.Уэлан,
Электронная микроскопия тонких кристаллов,
Москва,Мир,1968,с.574
9. Г.Томас, М.Дж.Горинджж Просвечивающая электронная
микроскопия материалов
Москва,Наука,1983,с.318

10. Р.Хейденрайх, Основы просвечивающей электронной микроскопии,
Москва, Мир, 1966,с.472
11. Дж.Спенс, Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения,
Москва, Наука, 1986,с.320
12. Современная электронная микроскопия в исследовании вещества,
Сборник под ред.Б.Б.Звягина,
Москва,Наука,1982,с.285
13. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении,
Сборник под.ред.С.Амелинкса,
Москва,Металлургия,1984,с.502
14. С.Амелинкс Методы прямого наблюдения дислокаций,
Москва,Мир,1968,с.440
15. O.Scherzer, Theoretical Resolution Limit of the Electron Microscope,
J.Appl.Phys.,1949,20,1,20-30

Примеры решения задач

Какое предельное разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, 400kV если все ошибки за исключением дифракционной равны нулю. Релятивистскую поправку не учитывать. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад.

$$\Delta r_D = \frac{0.61}{\alpha}\lambda \qquad \lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}}$$

100 kV

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}} = 12,26 / \sqrt{10^5} = 0,039\ \text{Å}$$

400 kV

$$\lambda = 12,26 / \sqrt{4 \cdot 10^5} = 0,0193\ \text{Å}$$

$$\Delta r_D{}^{100} = 0.61 \cdot \frac{0.039}{6 \cdot 10^{-3}} = 3.965\ \text{Å}$$

$$\Delta r_D{}^{400} = 0.61 \cdot \frac{0.019}{6 \cdot 10^{-3}} = 1.932\ \text{Å}$$

Определить длину волны электронов с учетом релятивистских поправок и без них в электронном микроскопе с ускоряющими напряжениями 100kV, 400kV. Какую ошибку вносит отсутствие релятивистских поправок.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \qquad \lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}}$$

$$\lambda_{\text{классик}} = \frac{12,26}{\sqrt{E}}\left(\text{Å}\right) \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{E \cdot \left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot E\right)}}\left(\text{Å}\right)$$

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{100000}} = 0,039\left(\text{Å}\right)$$

100 kV

$$\lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{10^5 \cdot \left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot 10^5\right)}} = 0,037\left(\text{Å}\right)$$

E (kV)	λ (Å)	$\lambda_{рел}$ (Å)
E=100kV	λ=0.039Å	$\lambda_{рел}$=0.037Å
E=400kV	λ=0,019Å	$\lambda_{рел}$=0,0164Å
E=600kV	λ=0,016Å	$\lambda_{рел}$=0,0126Å

Какое разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, если учесть дифракционную ошибку и сферическую аберрацию. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад. Коэффициент сферической аберрации C_s=0,17мм.

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s$$

$$\Delta r_d = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda \qquad \Delta r_s = \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3$$

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda + \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3 = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}} + \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3 =$$

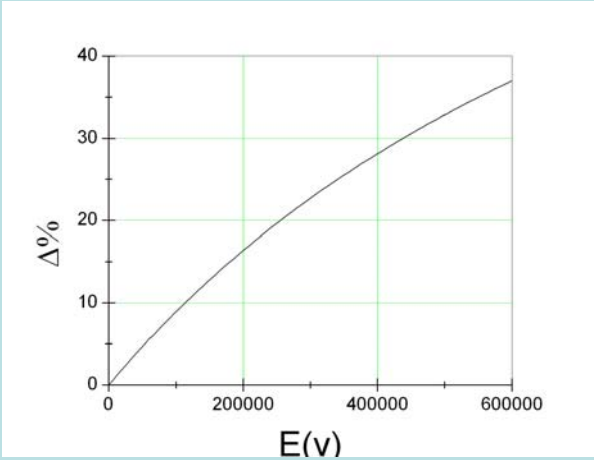
$$= 0,61 \frac{0,039}{6 \cdot 10^{-3}} + 1,7 \cdot 10^6 \cdot \left(2 \cdot 10^{-2}\right)^3 = 3,965 + 13,6 \text{ Å}$$

Определить величину ускоряющего напряжения, начиная с которого разница длин волн электронов с учетом и без учета релятивистской поправки будет составлять 15 процентов.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}}$$

$$\lambda_{\text{кл}} = \frac{12,26}{\sqrt{E}} \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{E\left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} E\right)}}$$

$$\Delta = \frac{\lambda - \lambda_{rel}}{\lambda} \cdot 100 = \left(1 - \frac{1}{1 + 0,978 \cdot 10^{-6} \cdot E}\right) \cdot 100$$



В результате получим искомое значение ускоряющего напряжения порядка 150кв, при котором ошибка составит 15%.

Физические основы растровой электронной микроскопии

(избранные главы)

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

История вопроса

Оптический сканирующий микроскоп был разработан и реализован в 1924 году одним из создателей современного телевидения В.К.Зворыкиным.

Идея **электронного сканирующего микроскопа** была сформулирована в 1935 году М.Кнолем. Изображение объекта в таком микроскопе формируется последовательно по точкам и является результатом взаимодействия электронного пучка (зонда) с поверхностью образца. Каждая точка образца последовательно облучается сфокусированным электронным пучком, который перемещается по исследуемой поверхности подобно сканированию электронного луча в телевизионных системах. Возникающая в каждой точке образца ответная реакция регистрируется специальным детектором и выводится на соответствующее место монитора.

1. M.Knoll Static Potential and Secondary Emission of Bodies Under Electron Irradiation
Z.Tech.Physik,16,467-475,1935

2. M.Ardenne Z.Physik,109,553,1938

3. M.Ardenne Z.Physik,109,407,1938

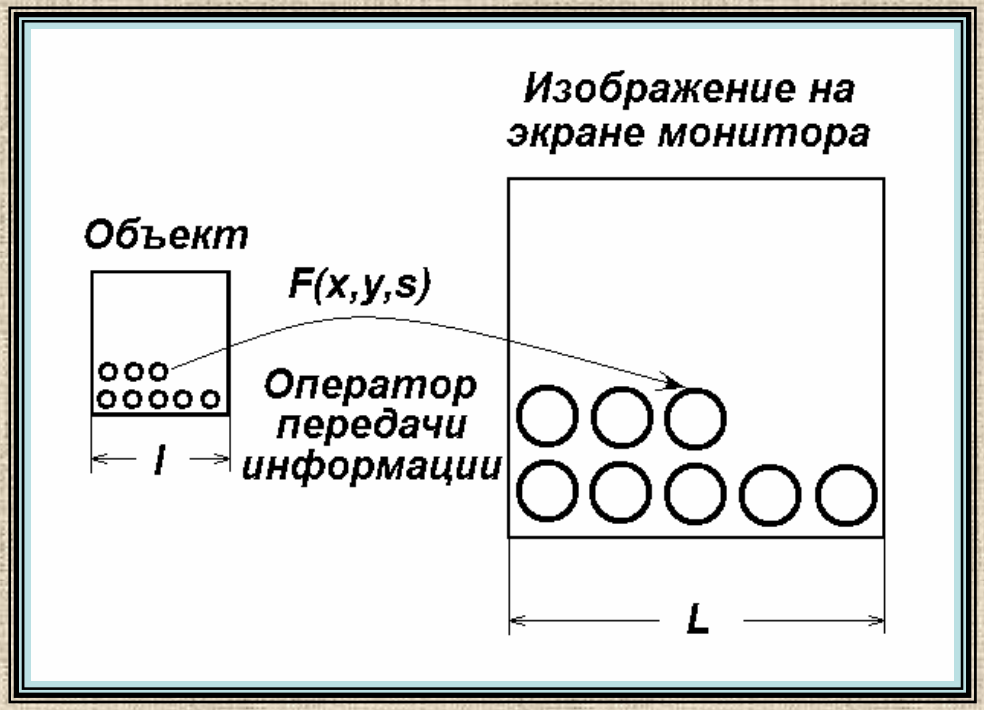
4. V.K.Zworykin, J.Hiller, R.L.Snyder A Scanning Electron Microscope
In ASTM bull.,117,15-23,1942

Влади́мир Козьми́ч Зворы́кин родился 17 июля 1888, в г. Муром, Владимирской губернии, Российской империи; умер 29 июля 1982, Принстон, Нью-Джерси, США (похоронен на кладбище Принстона) - американский инженер русского происхождения, один из создателей современного телевидения.

Награды и премии Национальная научная медаль США (1966), Премия Морриса Либманна (1934), Медаль почёта Института радиоинженеров (1951), Медаль Эдисона (1952).
Родился в Муроме в семье купца первой гильдии Козьмы Зворыкина, который торговал хлебом, владел пароходами и был председателем Муромского общественного банка.
Окончив муромское реальное училище, в 1906 году поступил в Петербургский технологический институт. С отличием окончил его в 1912 году с дипломом инженера-технолога. В 1912-1914 годах продолжал образование в Париже в Коллеж де Франс под руководством Поля Ланжевена.
Первые опыты в области телевидения и электроники проводил под руководством профессора Б. Л. Розинга в период обучения в Технологическом институте.
Во время Первой мировой войны служил в войсках связи в Гродно, затем работал в офицерской радиошколе в Петрограде. Бежит от гражданской войны через Екатеринбург в Омск, столицу белого движения в Сибири, где занимается оборудованием радиостанций, работает с зарубежными поставщиками, ездит в командировки. В 1919 году, во время второй командировки в Нью-Йорк правительство Колчака пало, то есть возвращаться было некуда, и Зворыкин становится сотрудником компании «Вестингауз», где занимается любимой темой — передачей изображения на расстояние, однако не находит понимания у начальства (отчасти из-за языкового барьера), и продолжает разработки самостоятельно. В 1923 году Зворыкин подал патентную заявку (US Patent 2141059 of 20.12.1938) на телевидение, осуществляемое полностью на электронном принципе.
Как признанный мировой специалист в области ТВ, в 1933 году совершает широкую поездку по Европе, в том числе в Советский Союз, где принимался на правительственном уровне и консультировал советских специалистов — первый советский телевизор «ТК» создан по его разработкам. Посетил также Сочи и Тбилиси, где встречался с братом и с Л. Берией.
В 1940-1941 годах Владимир Козьмич работал над созданием сканирующего электронного микроскопа.
Начиная с военных лет активно участвовал в нескольких оборонных проектах Пентагона, в результате чего подвергался постоянной слежке и прослушиванию со стороны ФБР.
В 1950-1960-е годы Зворыкин сконцентрировал внимание в области медицины, где успешно применил свой опыт разработки телевизионных систем.
В. К. Зворыкину принадлежат более 120 патентов на различные изобретения. Он получил большое число различных наград. В частности, Национальная научная медаль США за научные заслуги за 1966 год была вручена ему в 1967 году президентом США Линдоном Джонсоном. В 1977 году избран в Национальную галерею славы изобретателей (англ. *National Inventors Hall of Fame*).

Принцип отображения информации при сканировании электронным зондом по поверхности объекта.

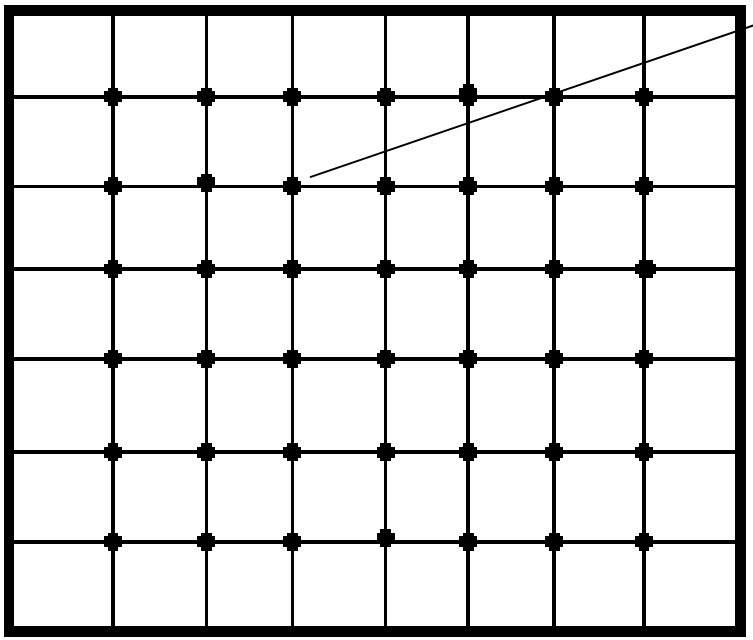
Устанавливается соответствие между набором положений на образце и на экране монитора, каждая точка отображается уровнем яркости или цветом. Увеличение равно L/l



1. Возможность математической обработки изображений состоящих из отдельных точек;
2. Огромная глубина резкости в РЭМ, в отличии от обычных оптических систем;
3. Множество физических явлений (отраженные и вторичные электроны, свет, характеристическое рентгеновское излучение, рентгеновская флуоресценция оже электроны), участвующих в образовании изображения расширяет возможности анализа объектов в РЭМ

РЕМ – растровый электронный микроскоп – терминология принятая в России

SEM – сканирующий электронный микроскоп – терминология принятая в мировой литературе



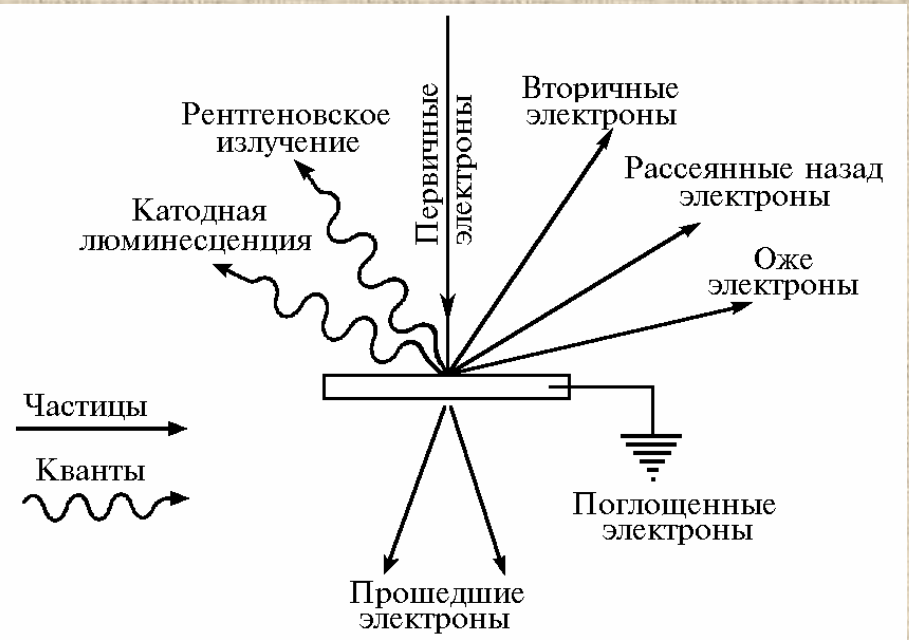
Текущие координаты точки x,y на поверхности объекта

Объект разбивается
на элементы, точки, пикселы
и описывается двумерной матрицей

$$\mathbf{M}(2d)$$

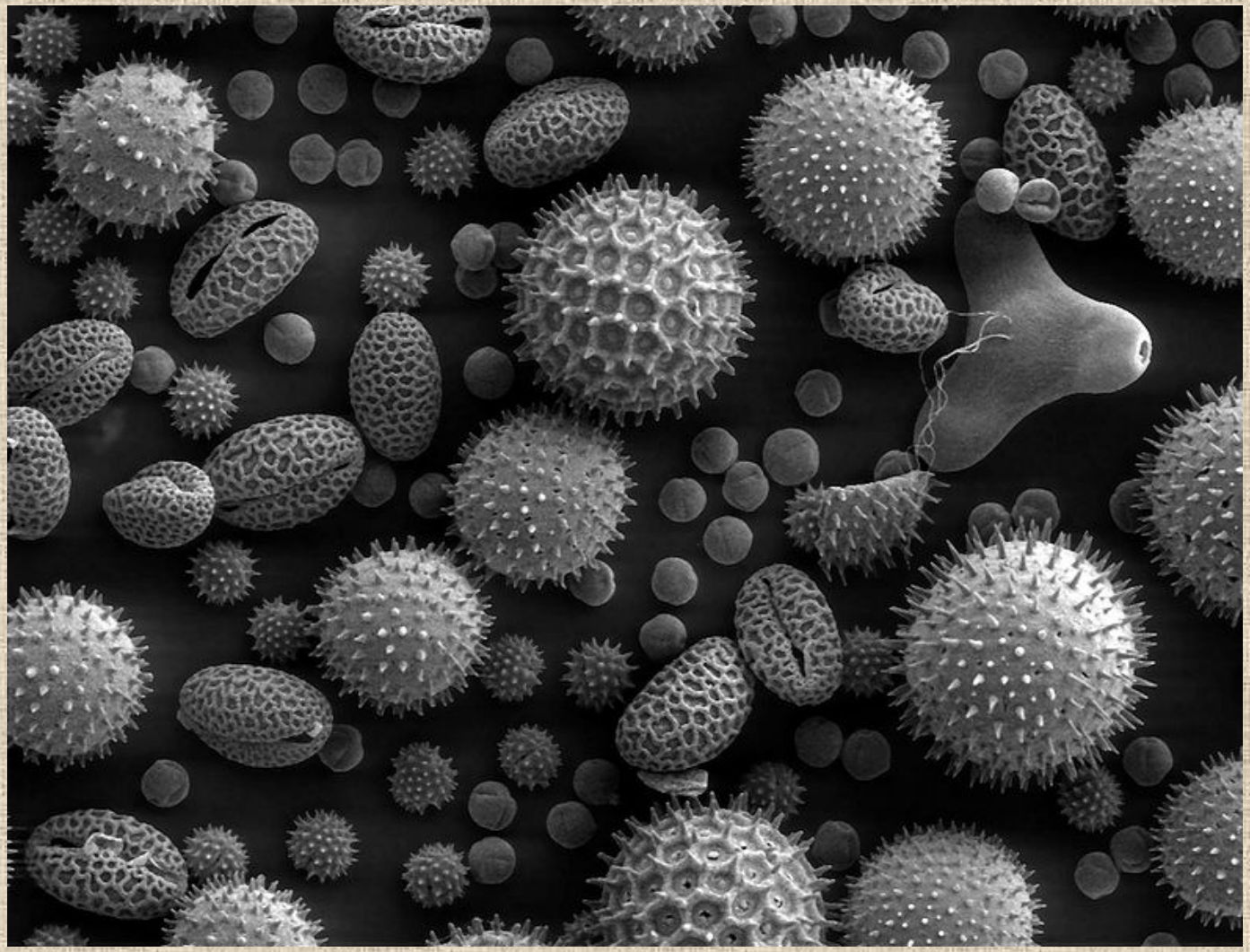
$$\mathbf{M}\{x, y, s\}$$

M – матрица описывающая объект;
x,y – текущие координаты на поверхности объекта;
S – яркость или цвет точки



Несмотря на кажущуюся простоту идеи, высказанной М.Кнолем, осуществить ее в виде надежного прибора с достаточным для практической работы разрешением оказалось очень сложно из-за весьма ограниченных технических возможностей того времени. Первые действующие приборы были созданы в 1939 (Арденне) и в 1942 годах (Зворыкин).

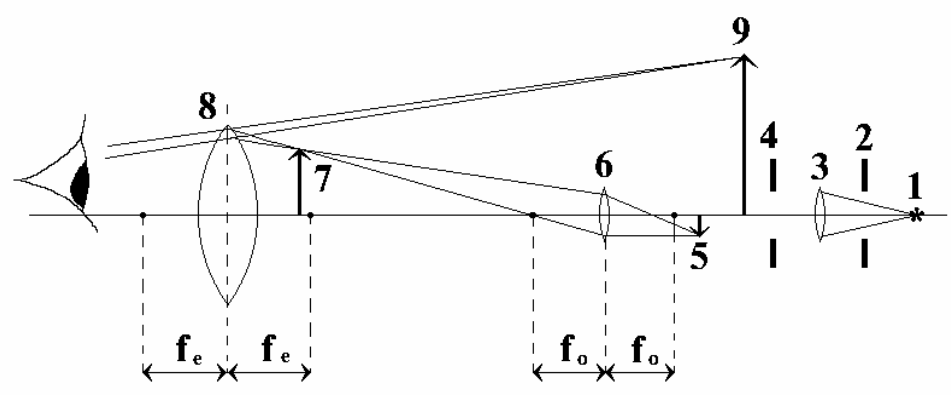
Однако широкое использование РЭМ в науке и технике стало возможно лишь в 70-е годы, когда появились высоко надежные приборы, созданные на основе достижений микроэлектроники и вычислительной техники.



Микрофотография пыльцы подсолнечника позволяет оценить возможности режима РЭМ (1228 × 935 пикселов)

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ



Оптическая схема трехлинзового оптического микроскопа. 1-источник света, 2-апертурная диафрагма конденсора, 3-конденсорная линза, 4-полевая диафрагма, 5-объект, 6-объективная линза, 7-первое увеличенное действительное изображение, 8-окулярная линза, 9-второе увеличенное мнимое изображение

$$K = \frac{H}{h} = \frac{D \cdot \Delta}{f_1 \cdot f_2}$$

Здесь *f1, f2* - фокусные расстояния объективной и окулярной линз, - расстояние между фокусами этих линз, *D* - расстояние наилучшего зрения. Например, если для типичного случая *f1=2mm, f2=15mm, =1,0mm, D=250mm*, коэффициент увеличения такого микроскопа *K=1335*.

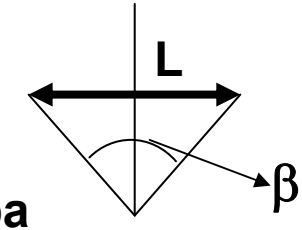
$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}$$

Дифракционное разрешение

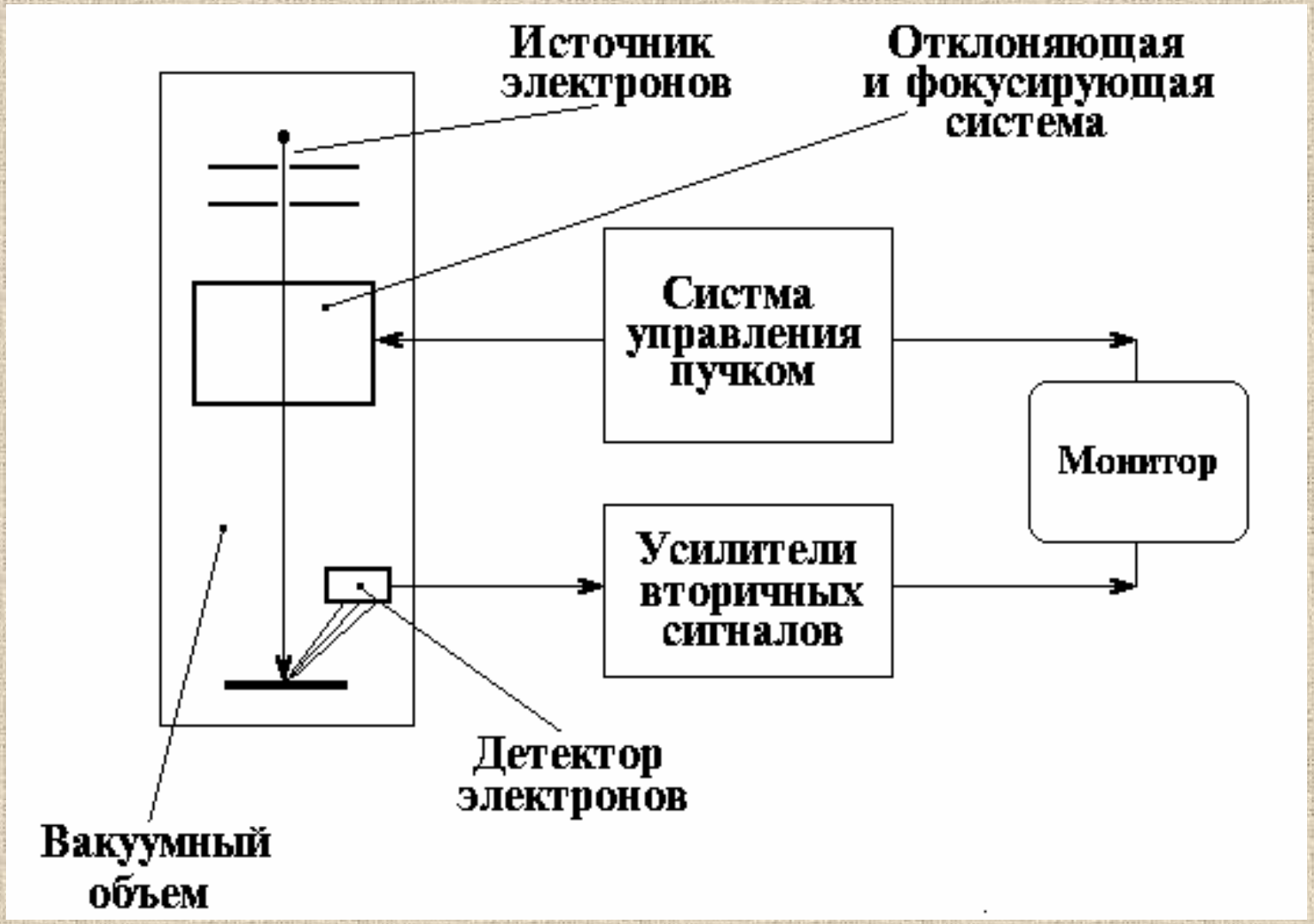
$$\Delta F \sim \frac{1}{A^2}$$

Глубина резкости

$$A = n \cdot \sin\beta$$

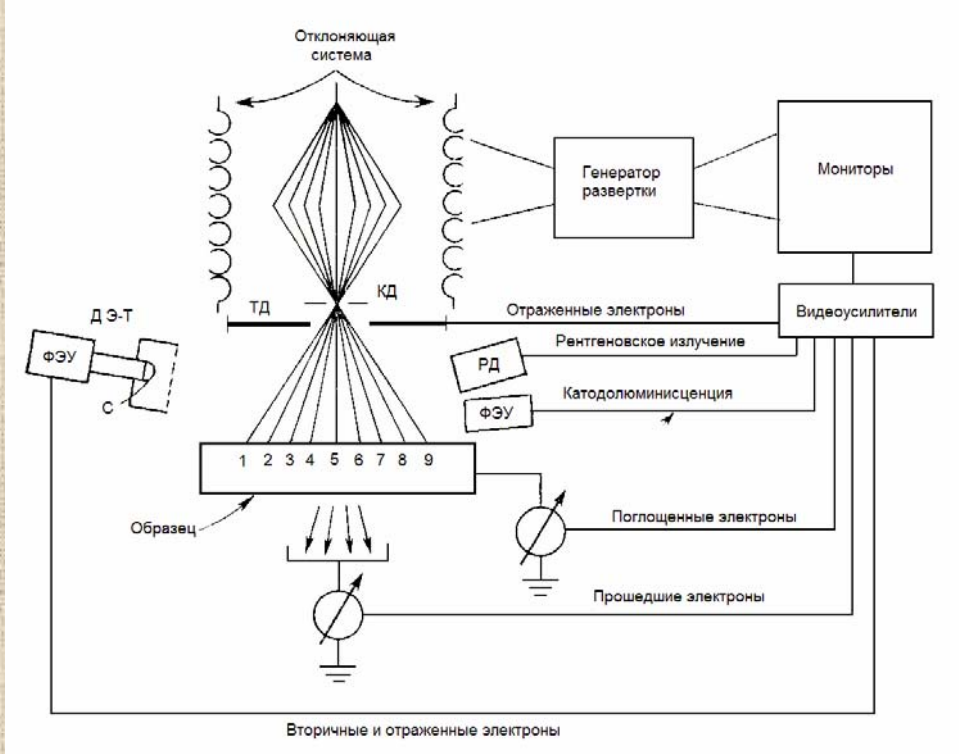


Числовая апертура



Упрощенная схема, иллюстрирующая работу РЭМ

Схема сканирующей системы растрового электронного микроскопа



КД - конечная диафрагма;

Э-Т - детектор Эвехарта-Торнли;

ФЭУ - фотоумножитель;

С - сцинтиллятор;

РД - рентгеновские спектрометры (кристалл-дифракционные и/или с дисперсией по энергии);

Мониторы - электронно-лучевые трубки, или жидкокристаллические панели, предназначенные для наблюдения и фотографирования изображения.

Цифры 1-9 на объекте обозначают последовательные положения зонда при сканировании.

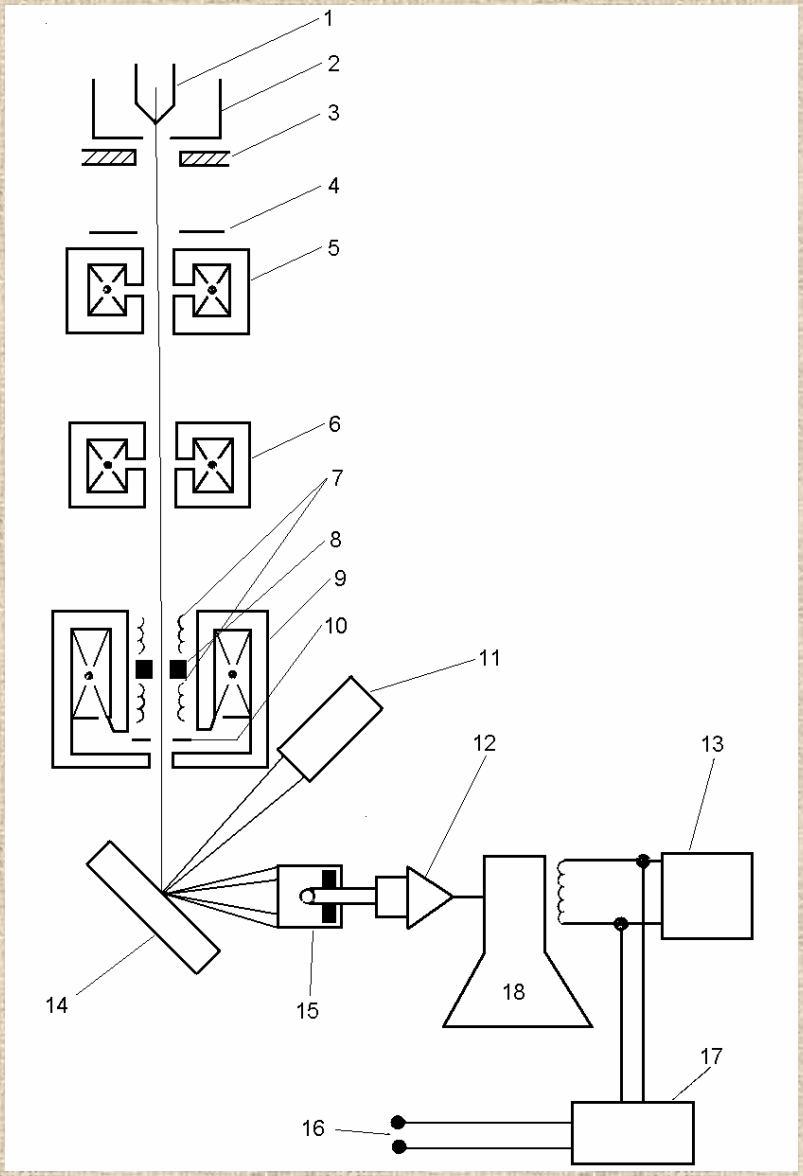


Схема электронной и рентгеновской оптики комбинированного растрового электронного микроскопа и рентгеновского микроанализатора (РЭМ – РМА).

1 - Катод;
2 - модулятор;
3 - анод;
4 – ограничивающая диафрагма
5 – первая конденсорная линза;
6 – вторая конденсорная линза;
7 – катушка двойного отклонения;
8 - стигматор;
9 - конечная (объективная) линза,
10 - диафрагма, ограничивающая размер пучка;
11 - детектор рентгеновского излучения (кристалл-дифракционный или с дисперсной по энергии);
12 — усилитель фотоумножителя;
13 — генераторы развертки;
14 - образец;
15 - детектор вторичных электронов;
16 - к катушке двойного отклонения;
17 - управление увеличением;
18 – монитор - ЭЛТ.

Основные разделы лекции

1. Источник электронов, формирование зонда;

2. Детекторы вторичных сигналов;

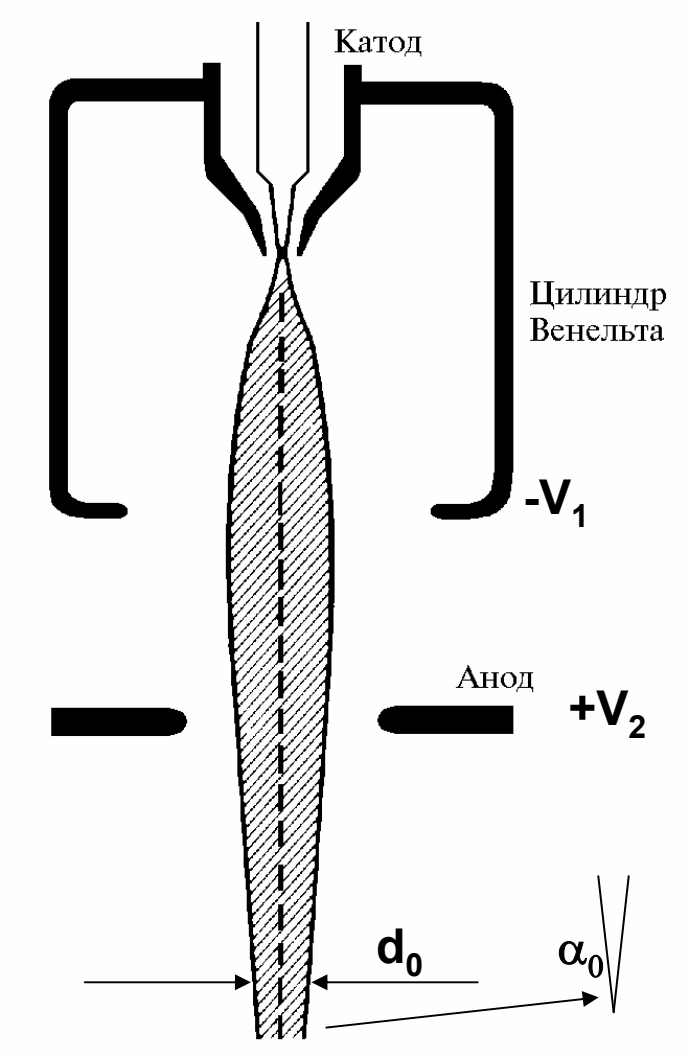
3. Взаимодействие электронного пучка с веществом;

4. Основные источники сигналов, используемых в РЭМ для формирования изображения; методы обработки видеосигнала;

5. Рентгеновский микроанализ

1. Источник электронов, формирование зонда

Схема устройства электронной пушки



Электронная пушка состоит из источника электронов (вольфрамовый катод; катод из гексаборида лантана LaB_6; автоэмиссионный катод), модулятора (цилиндра Венельта) и анода. Модулятор обычно находится под более отрицательным (на несколько сотен вольт) потенциалом по отношению к катоду, что позволяет предварительно сфокусировать электронный пучок в области, расположенной за модулятором, (диаметром d_0 и расходимостью α_0) и называемой кроссовером.

$$d_0 \simeq 25 - 100 мкм$$

$$\alpha_0 \simeq 3 - 10 \cdot 10^{-3} рад$$

$$J_0 \approx 1,75 A/см^2 \rightarrow I_z \simeq 100 - 200 \mu A \rightarrow 25 kV$$

Для получения достаточного разрешения (~10Å) обычно необходимо уменьшить размеры зонда до величины ~ 20-*50Å-1мкм*, т.е. в *10000* раз, при этом существенно уменьшается ток пучка до *~0.01на*.

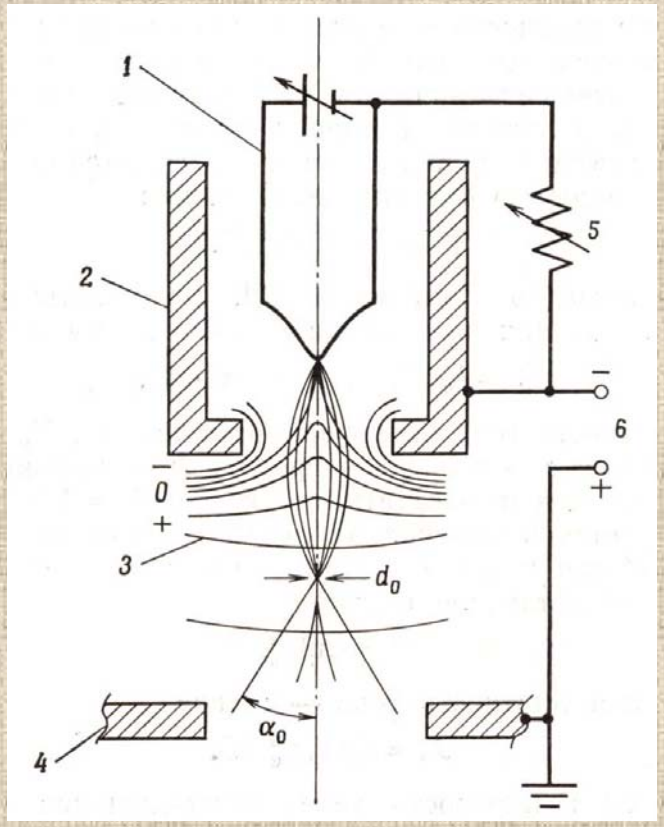
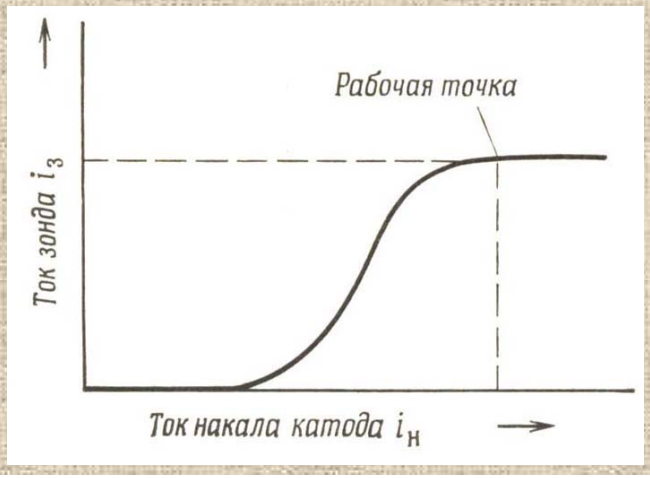


Схема электронной пушки с автоматическим смещением

1 - катод;
2 - модулятор;
3 - эквипотенциальные линии электрического поля;
4 - анод;
5 - омическое сопротивление автоматического смещения;
6 - высокое напряжение



Зависимость тока зонда от тока накала вольфрамового катода

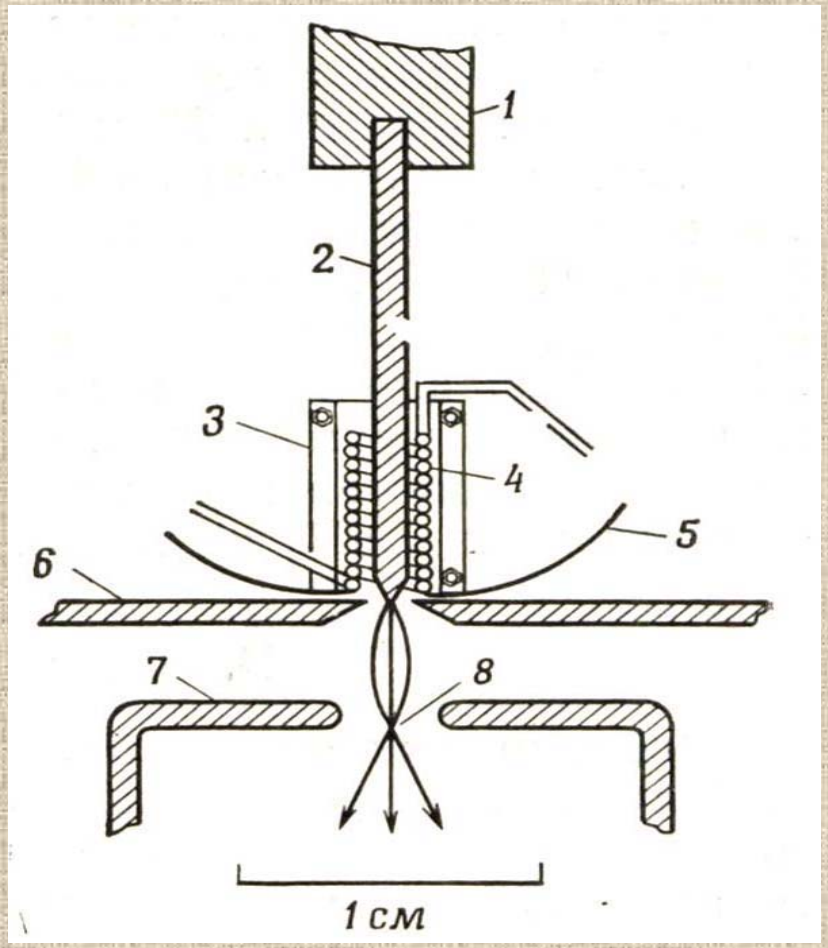
$$J_0 = AT^2 e^{-\left(\frac{\varphi}{kT}\right)} (A/см^2)$$

Закон Ричардсона

Работа выхода для вольфрамового катода φ_w~4,5эв

Плотность тока J_0=1,75А/см^2 Т=2700°С

Автокатод на основе гексоборида лантана



Типичная схема электронной пушки с катодом из гексаборида лантана.

1 – теплоотвод с масляным охлаждением;
2 – стержень из LaB_6;
3 – тепловой экран;
4 – нагреватель;
5 – экран для защиты от испарение стержня катода;
6 –модулятор;
7 – анод;
8 – область кроссовера.

Работа выхода и плотность тока для катода из LaB_6 (гексобарида лантана)

φ_{La}~2,4эв
J_0=65А/см^2 Т=1600°С
J_0=100А/см^2 Т=1680°С

Работа выхода для вольфрамового катодам φ_w~4,5эв
Плотность тока
J_0=1,75А/см^2 Т=2700°С

Это в 10-100 раз выше чем у катодов из W

Если аберрации в конденсорной системе полностью отсутствуют, можно показать, что минимальный размер пятна *d* на образце будет определяться

$$d = \sqrt{\frac{i}{B\alpha^2}},$$

$$B = (0.62\pi / 4) \cdot \left(\frac{eV_0}{kT} \right) \cdot J_0$$

В общем случае при учете дифракционной, сферической и хроматической ошибок эффективный минимальный диаметр зонда определяется соотношением

$$d_z = \sqrt{{d_0}^2 + {d_s}^2 + {d_c}^2 + {d_d}^2}$$

$$d_z = \sqrt{\left[\frac{i}{B} + (1.22\lambda)^2 \right] \cdot \frac{1}{\alpha^2} + (0.5C_s)^2 \cdot \alpha^6 + \left(\frac{\Delta E}{E_0} \cdot C_c \right)^2 \cdot \alpha^2}$$

Приведенное уравнение можно исследовать на экстремум, продифференцировав его по α, и определить минимальную величину диаметра зонда и максимальный ток зонда

$$d_{\min} = 1.29 C_s^{1/4} \cdot \lambda^{3/4} \left[7.92 \left(iT / J_0 \right) \cdot 10^9 + 1 \right]^{3/8},$$

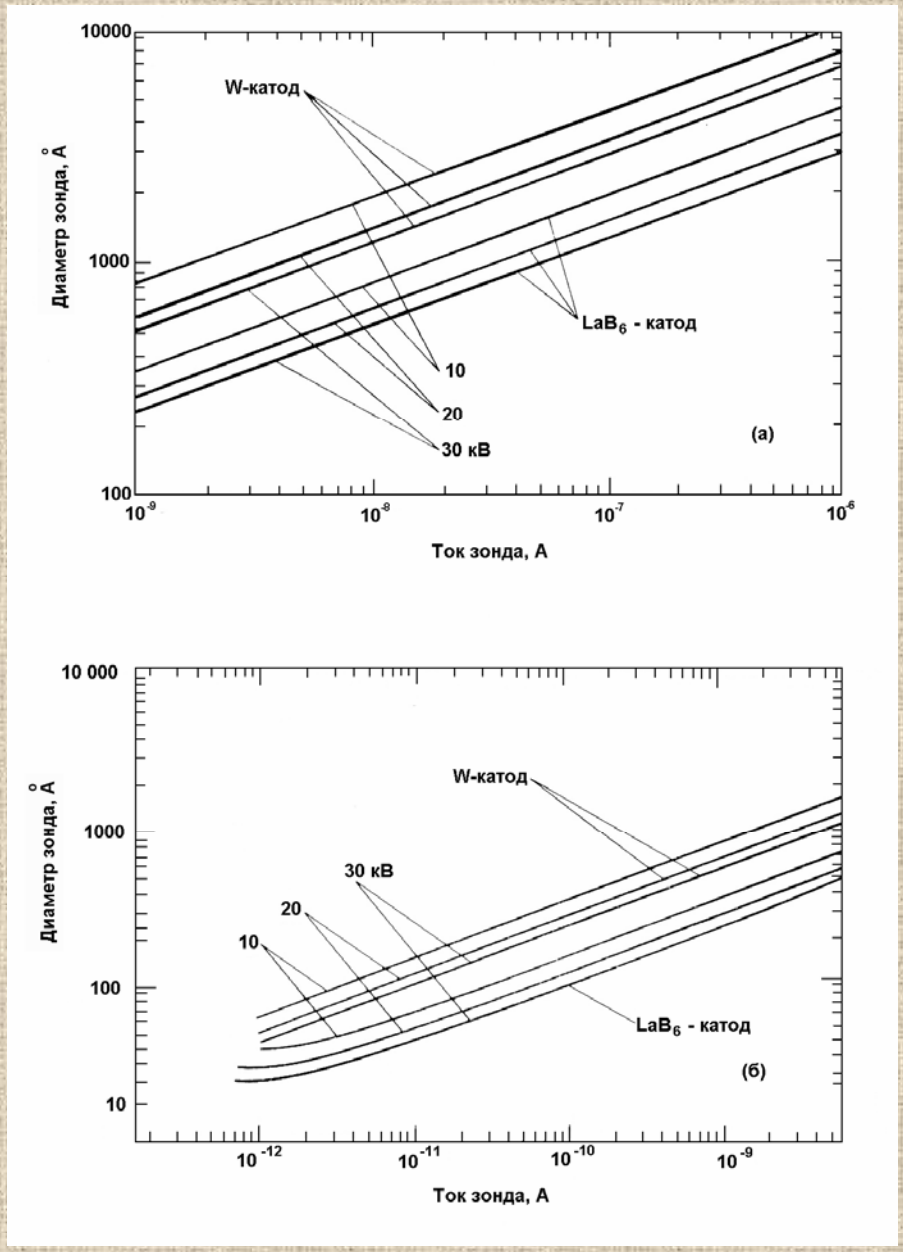
$$i_{\max} = 1.26 \cdot \left(J_0 / T \right) \cdot \left[\left(0.51 d^{8/3} / C_s^{2/3} \cdot \lambda^2 \right) - 1 \right] \cdot 10^{-10},$$

$$\alpha_{opt} = \left(d / C_s \right)^{1/3}$$

$$I_z \sim d_z^{8/3}$$

Анализ полученных соотношений показывает, что ток пучка зонда пропорционален диаметру зонда в степени *8/3.* В то же время величина вторичных сигналов (эмиссия вторичных электронов, генерация рентгеновского излучения, катодолюминесценция и др. эффекты) пропорциональна величине тока зонда и, следовательно, улучшая разрешение, мы будем снижать чувствительность метода.

Имеется несколько способов увеличения тока зонда. С одной стороны, можно увеличивать ускоряющее напряжение, снижая длину волны электронов, с другой - необходимо уменьшать аберрации линз и в первую очередь сферическую аберрацию. Наконец, есть способы увеличения плотности тока путем перехода на катоды из гексаборида лантана. Однако следует иметь в виду, что все эти меры имеют естественное ограничение, связанное с тем, что в результате взаимодействия электронов пучка с материалом образца происходит заметное увеличение области, в которой генерируются вторичные сигналы по сравнению с диаметром зонда. Поэтому разрешающая способность в РЭМ определяется в первую очередь не диаметром зонда, а размерами области, в которой происходит генерация вторичных эффектов.



Соотношение между током зонда $i_{макс}$ и размером пучка $d_{мин}$ для вольфрамового термокатода и для катода из гексаборида лантана при раз-ных ускоряющих напряжениях.
а - диапазон рентгеновского микроанализа; б - диапазон растрового электронного микроскопа.

2. ДЕТЕКТОРЫ ВТОРИЧНЫХ СИГНАЛОВ В РЭМ

ДЕТЕКТОРЫ ВТОРИЧНЫХ СИГНАЛОВ В РЭМ

Оценки, сделанные выше, показывают, что при диаметре зонда *100Å* его ток составляет очень малую величину, около *0.01на.* Даже если предположить, что коэффициент вторичной эмиссии равен единице, ток вторичных электронов составит лишь *0,01на.* Это приводит к необходимости регистрировать в РЭМ очень слабые сигналы, что, в свою очередь, является сложной технической задачей.

Детекторы вторичных и отраженных электронов

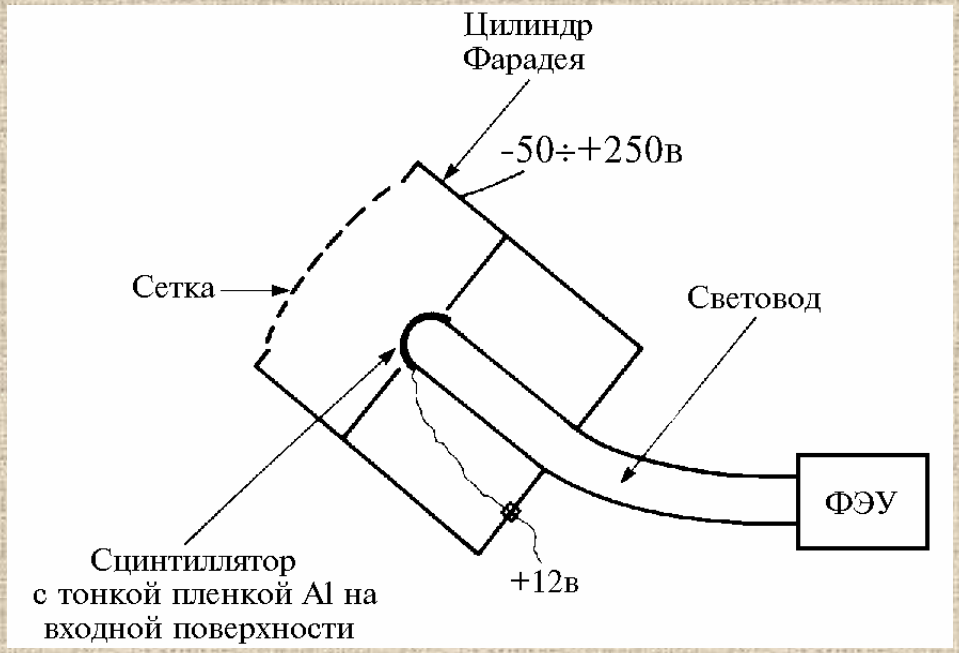


Схема детектора Эверхарта-Торнли

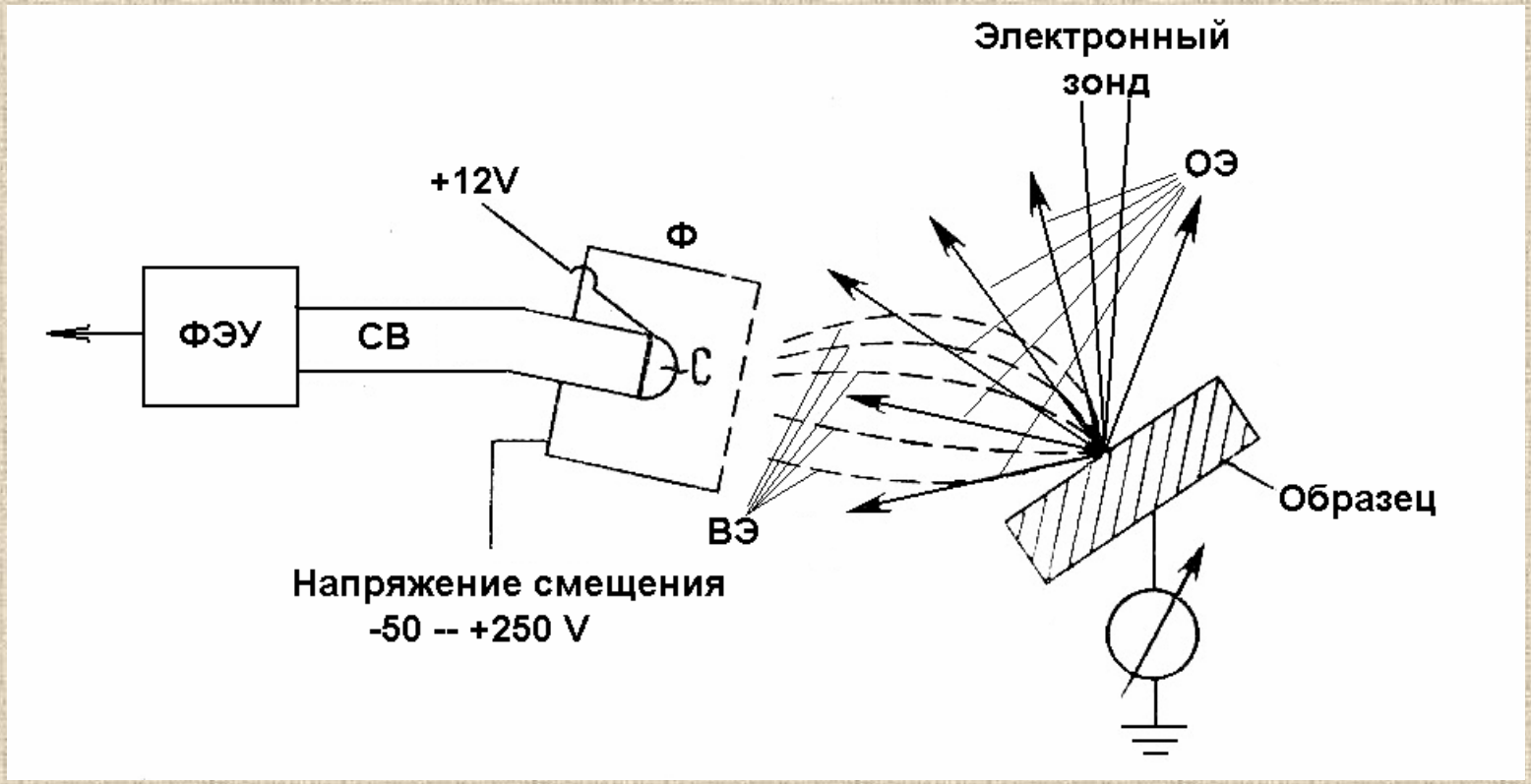
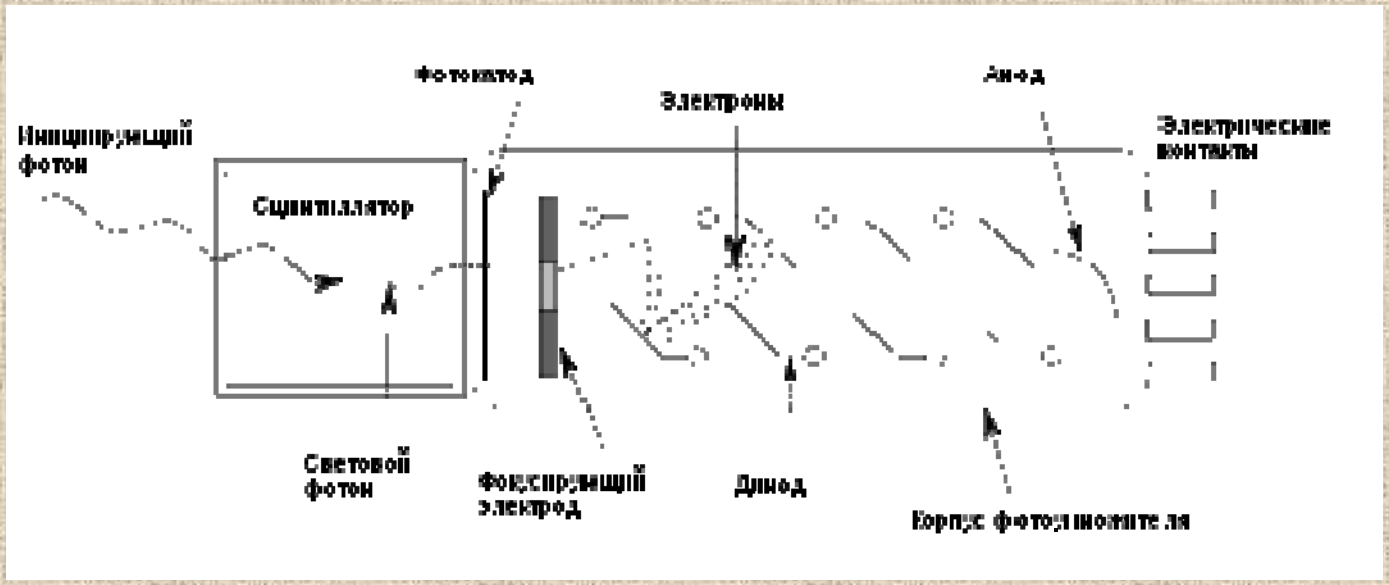


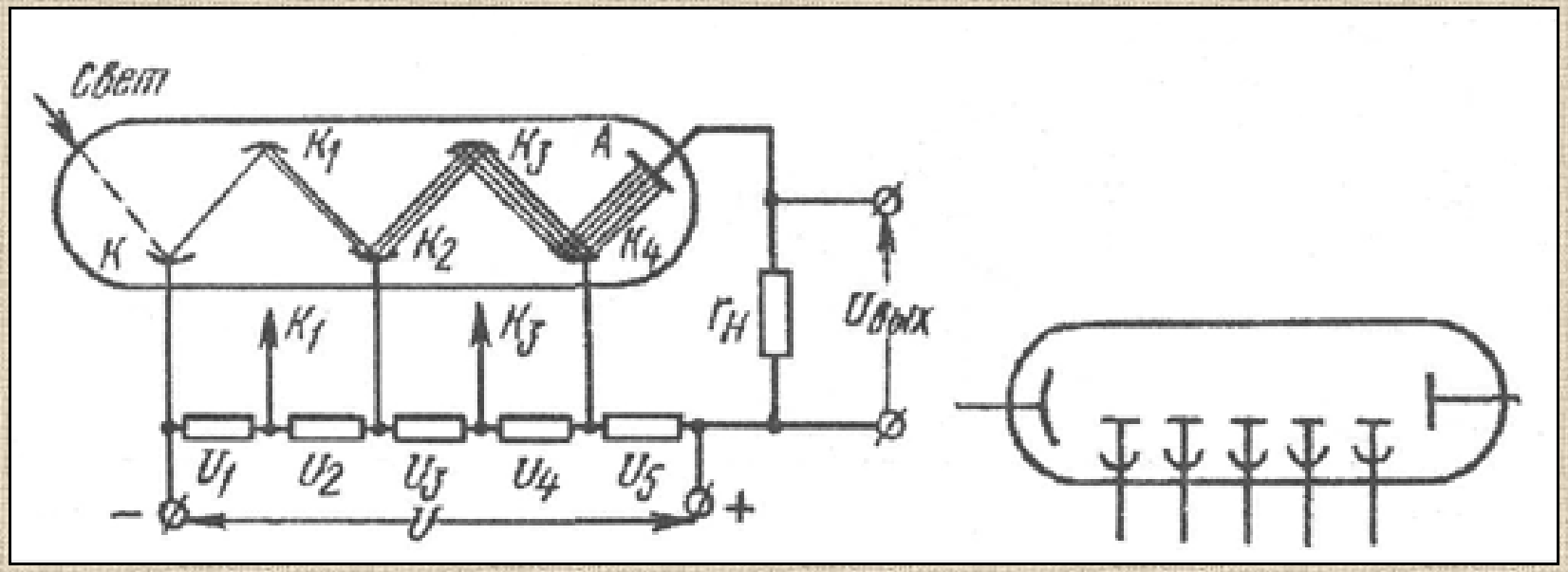
Схема детектора электронов Эверхарта-Торнли – сцинтиллятор-фотоумножитель.
ОЭ-отраженные электроны;
ВЭ-вторичные электроны;
С-сцинтиллятор;
СВ-световод;
ФЭУ-фотоэлектронный умножитель

Фотоэлектронный умножитель (ФЭУ)

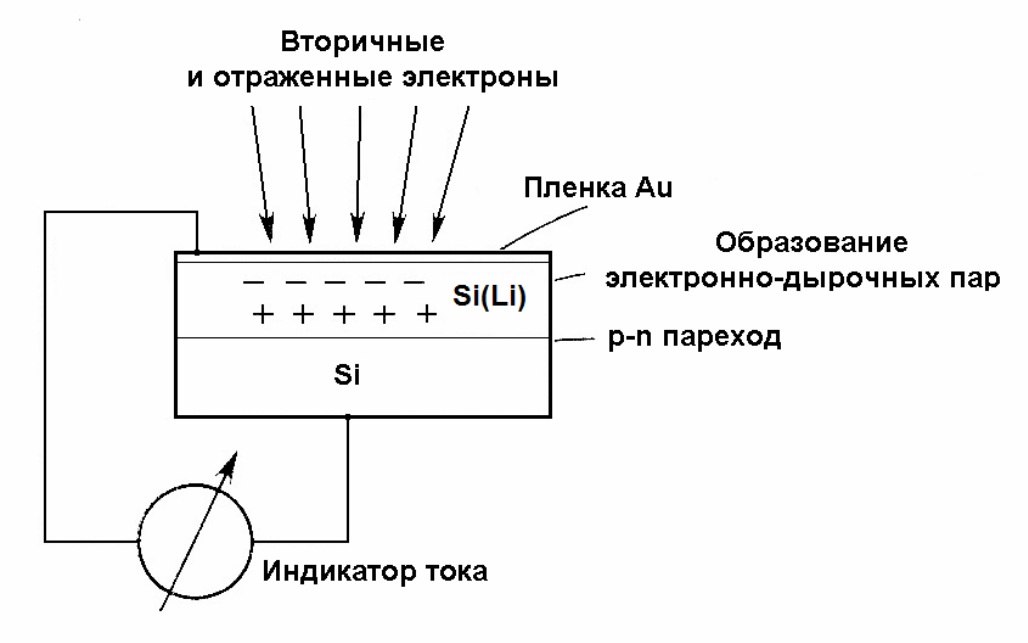


Фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) — электровакуумный прибор, в котором поток электронов, излучаемый фотокатодом под действием оптического излучения (фототок), усиливается в умножительной системе в результате вторичной электронной эмиссии; ток в цепи анода (коллектора вторичных электронов) значительно превышает первоначальный фототок (обычно в 100000 раз и выше). Впервые был предложен и разработан Л. А. Кубецким в 1930-34.

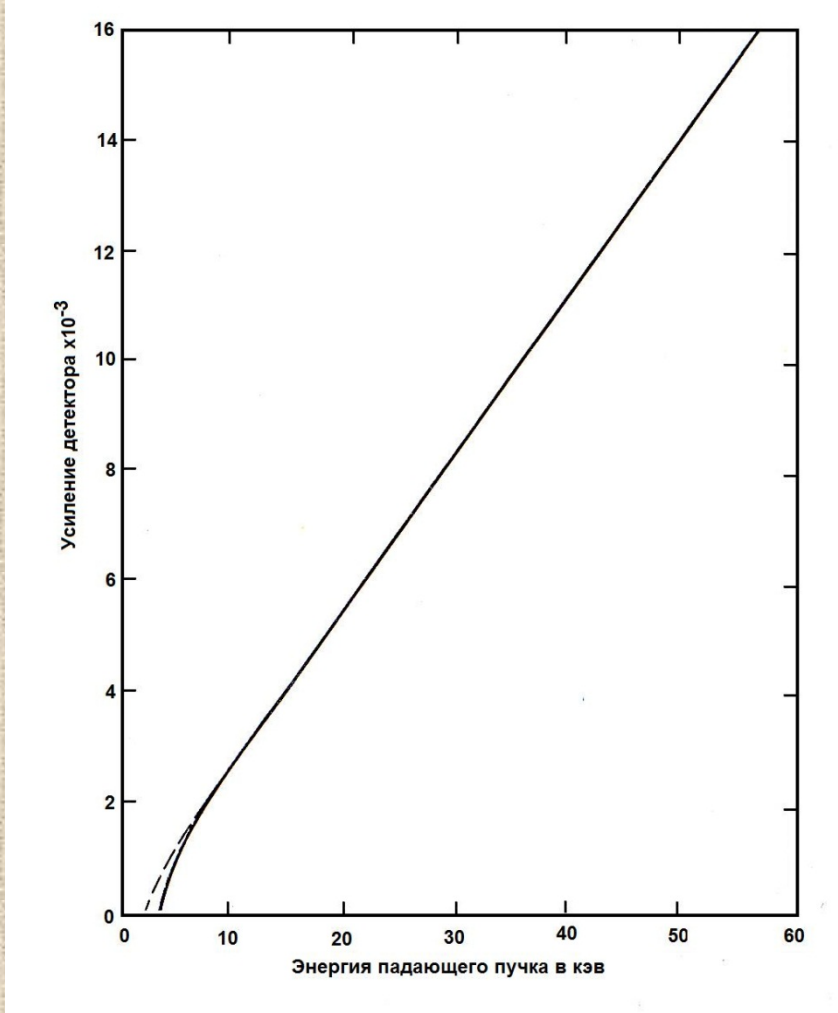
Схематическое изображение ФЭУ и схема его подключения



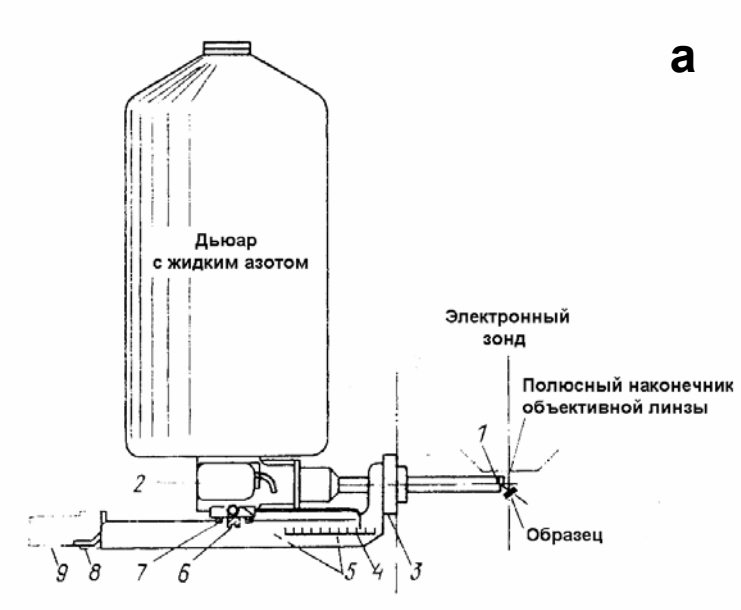
Полупроводниковый детектор

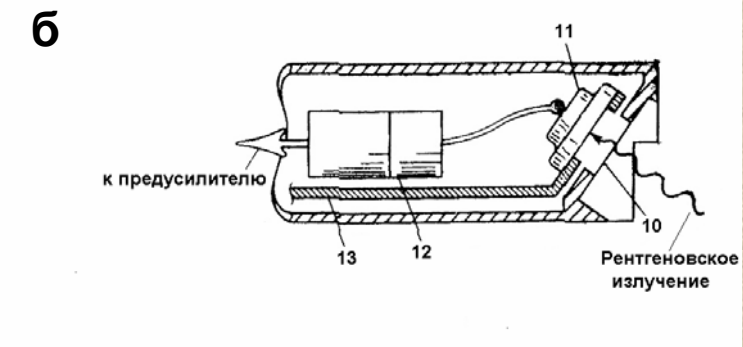


Вторичные электроны, попадая в материал полупроводника вблизи *p-n*-перехода, рождают в нем электронно-дырочные пары, что приводит к появлению тока в цепи *p-n*-перехода. Этот ток будет пропорционален количеству электронов, поглощенных в монокристалле полупроводника. Для получения достаточной величины сигнала ток в дальнейшем усиливается специальными малошумящими усилителями.
Электроны должны иметь энергию, достаточную для образования электронно-дырочных пар, поэтому полупроводниковый детектор (ППД) обычно используется для регистрации высокоэнергетической части вторичных электронов. Так как *p-n*-переход может иметь значительную площадь, эффективность сбора и регистрации отраженных электронов при помощи ППД выше, чем для детектора Эверхарта-Торнли.



Передаточная характеристика твердотельного детектора в зависимости от энергии. Пунктирная линия - 20 мг/см^2 Au; сплошная линия - 40 мг/см^2 Au.



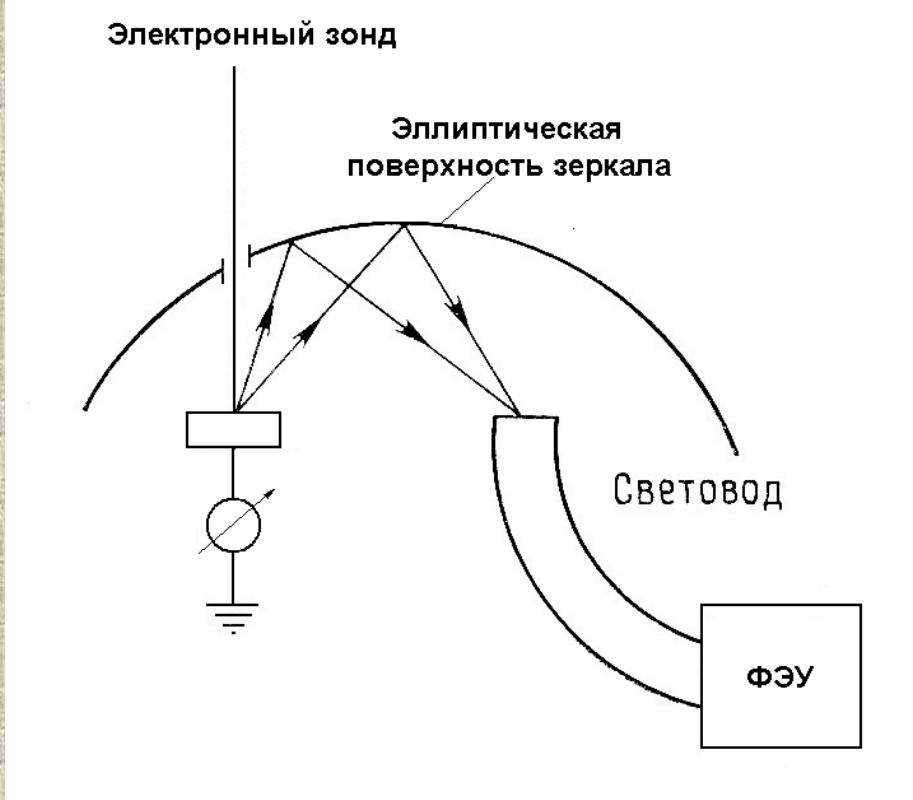


Для регистрации рентгеновского излучения обычно используются два типа систем. Во-первых, применяются кристалл-дифракционные спектрометры с изогнутыми для увеличения светосилы кристаллами-анализаторами. Приемником рентгеновского излучения обычно служит сцинтилляционный детектор. В качестве кристалла-сцинтиллятора обычно используются монокристаллы *NaI(Tl)*. Во-вторых, применяются энергодисперсионные системы типа ППД на основе *Si(Li) p-n*-перехода.

Энергодисперсионные детекторы имеют существенно более низкое энергетическое разрешение (*100-150эв*) по сравнению с кристалл-дифракционными спектрометрами (меньше *10эв*), однако благодаря одновременной регистрации всего спектра без каких-либо перемещений образца и детектора и возможности его быстрой обработки на ЭВМ эти детекторы получили в настоящее время очень широкое распространение.

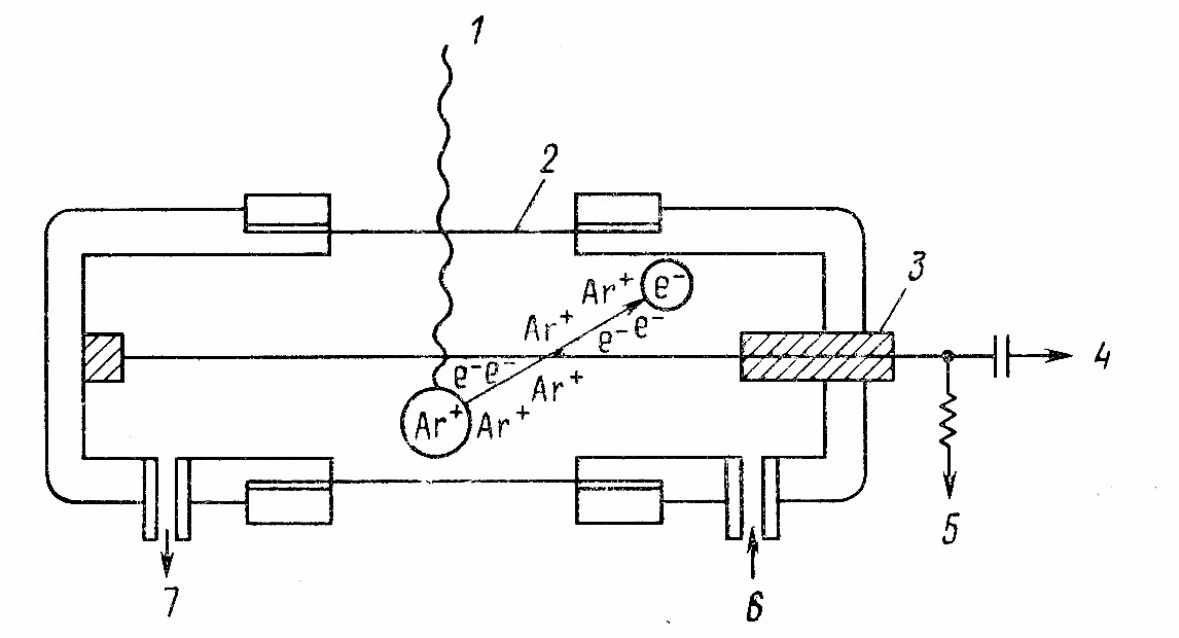
Внешний вид детектора и электронной системы - (а). Детали узла Si(Li) – детектора –(б).
1-Si(Li) – детектор, 2 – предусилитель, 3 – переходное соединение с дьюаром,
4,5, 6,7 ,8, 9 – устройство тонкого перемещения детектора, 10-берилиевое окно,
11-Si(Li)-детектор, 12-полевой транзистор, 13-хладопровод

Детектор излучения катодолюминесценции



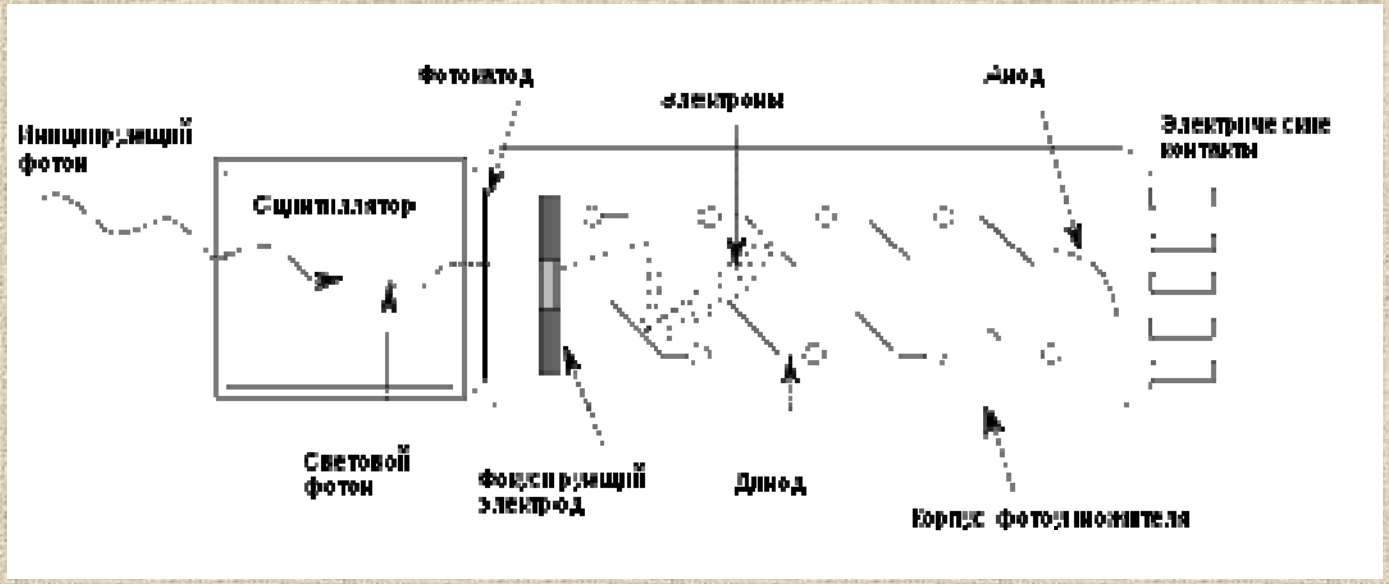
Количество света, испускаемое мишенью под действием электронов зонда, обычно мало, поэтому для увеличения эффективности сбора световых квантов используют специальные зеркала, изготовленные в виде половины эллипсоида вращения, в один из фокусов которого помещают мишень, а в другой - световод - приемник, уводящий свет за пределы вакуумной камеры микроскопа. Далее свет регистрируется либо интегральным детектором - фотоэлектронным умножителем, либо спектрометром, позволяющем исследовать распределение испущенного образцом света по длинам волн. В зеркале имеется отверстие для пропускания электронного пучка - зонда, направляемого на образец.

Регистрация рентгеновского излучения



Газовый проточны пропорциональный детектор

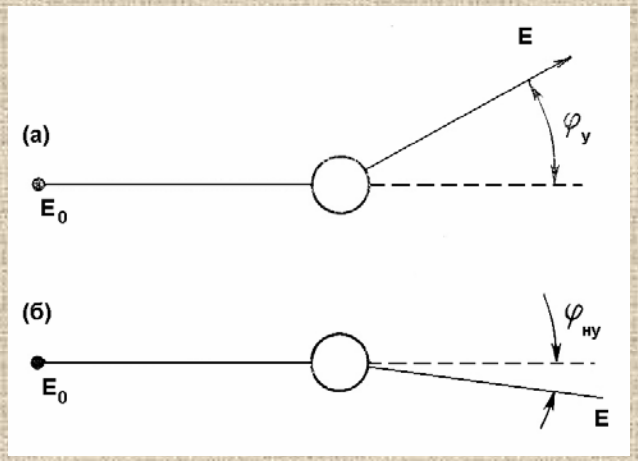
1-рентгеновское излучение;
2-тонкое окно;
3-изолятор;
4-к предусилителю;
5-высокое напряжение;
6-патрубок входа наполняющего газа;
7-патрубок выхода газа



Сцинцилляционный детектор

3. ВЗАИМДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ВЕЩЕСТВОМ

ВЗАИМДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ВЕЩЕСТВОМ



$$\sigma = \frac{n}{n_m n_0}$$

$$\lambda = \frac{A}{N_0 \rho \sigma}$$

При попадании электронов зонда на поверхность мишени-образца происходит множество достаточно сложных явлений, связанных с передачей энергии электронов пучка веществу мишени. В первом приближении все эти явления можно разделить на две большие группы: упругое рассеяние, связанное с изменением траекторий электронов при малой потере энергии; неупругое рассеяние, обусловленное неупругим взаимодействием с ядрами атомов, и неупругим взаимодействием со связанными электронами. Для описания взаимодействия потока частиц с веществом обычно используют следующие два понятия - сечение взаимодействия и длина свободного пробега частиц.

Сечение взаимодействия определяется, как -σ, а длина свободного пробега -λ , здесь *n* - число столкновений в единице объема; n_m - число атомов в единице объема мишени; n_0 - число падающих частиц в единицу времени; ρ - плотность; *A* - атомный вес; N_0 - число Авагадро.

Упругое рассеяние электронов

Упругое рассеяние электронов, как правило, возникает в результате кулоновского взаимодействия электронов с полем ядра - это так называемое резерфордовское рассеяние, и происходит, как правило, на углы порядка десятков градусов. Сечение рассеяния зависит от угла рассеяния и атомного номера Z и описывается формулой Резерфорда

$$\sigma_r = 1.62 \cdot 10^{-20} \cdot \left(\frac{Z}{E} \cdot \operatorname{ctg} \frac{\varphi}{2} \right)^2$$

Возможен и процесс многократного рассеяния на малые углы в результате взаимодействия электронов с электронным облаком атома. В каждом акте рассеяния электрон испытывает незначительное отклонение, однако после нескольких актов взаимодействия электрон может существенно изменить направление движения практически на обратное. Вероятности механизмов первого или второго типа рассеяния сильно зависят от материала мишени и энергии падающего пучка электронов.

Неупругое рассеяние электронов

Неупругое рассеяние электронов в материале мишени происходит в результате множества механизмов, например, таких как, возбуждение электронного газа решетки (плазмоны), возбуждение электронов проводимости (вторичные электроны, наведенный ток), ионизация внутренних электронных оболочек атома (Оже-электроны и характеристическое рентгеновское излучение), возбуждение тормозного рентгеновского излучения, возбуждение фотонов (катодолюминесценция) и пр.

Процесс потерь энергии электронами связан с многократными актами их взаимодействия с кулоновскими полями ядер и электронами атомных оболочек и носит многоступенчатый характер. Описание траекторий электронов в таких многократных случайных актах обычно проводится в рамках метода Монте-Карло.

Расчет потерь энергии электронов в мишени в предположении непрерывности потерь впервые был сделан Бете на основе квантовой теории

$$-\frac{dE_m}{dX} = 2\pi e^4 N_0 \cdot \frac{Z}{A} \cdot \frac{\rho}{E_m} \ln\left(\frac{1.166 E_m}{J}\right)$$

здесь E_m - средняя энергия электронов, e - заряд электрона, - плотность вещества, Z - атомный номер, A - атомный вес, N_0 - число Авагадро. Параметр J - получил название среднего потенциала ионизации элемента и равен

$$J = \left(9.76Z + 58.5Z^{-0.19}\right) \cdot 10^{-3} \text{kev}$$

Для описания средних потерь энергии иногда используют еще выражение средней тормозной способности

$$S = -\frac{1}{\rho} \cdot \frac{dE_m}{dx}$$

которая определяет средние потери энергии на единицу длины и единицу плотности, т.е. на единицу массовой толщины. Зная средние потери, можно легко определить полную длину пробега электрона в мишени

$$R = \int_{E_m}^{E=0} \frac{dE}{\left(dE_m / dx\right)}$$

которая будет складываться из участков траекторий между каждыми двумя соседними по времени актами взаимодействия. Выражение для полной длины пробега было посчитано Канайя и Окаяма с учетом полного сечения рассеяния, учитывающего как упругие, так и неупругие акты взаимодействия, и имеет вид

$$R = 0.0276 \cdot E^{1.67} \cdot \left(\frac{A}{Z^{0.889}\rho}\right)$$

Если в этой формуле *E* задается в *кэв*, *A - г/моль*, а ρ в г/см^3 - вычисленная полная длина пробега электронов в мишени будет выражена в *мкм*. Следует подчеркнуть два обстоятельства: во-первых, полная длина пробега не совпадает с глубиной проникновения электрона в мишень; во-вторых, приведенные формулы очень приближенны и могут дать лишь грубые оценки этих величин.

Отраженные электроны могут возникать как в результате однократного упругого отражения, так и в актах малоуглового многократного рассеяния. Оценки показывают, что для энергии падающих электронов *10-30кэв* и мишеней, содержащих легкие элементы (с малым атомным номером), несколько более половины всех отраженных электронов рождается в результате многократных малоугловых актов взаимодействия. Для тяжелых элементов ситуация меняется на обратную. Коэффициент отражения

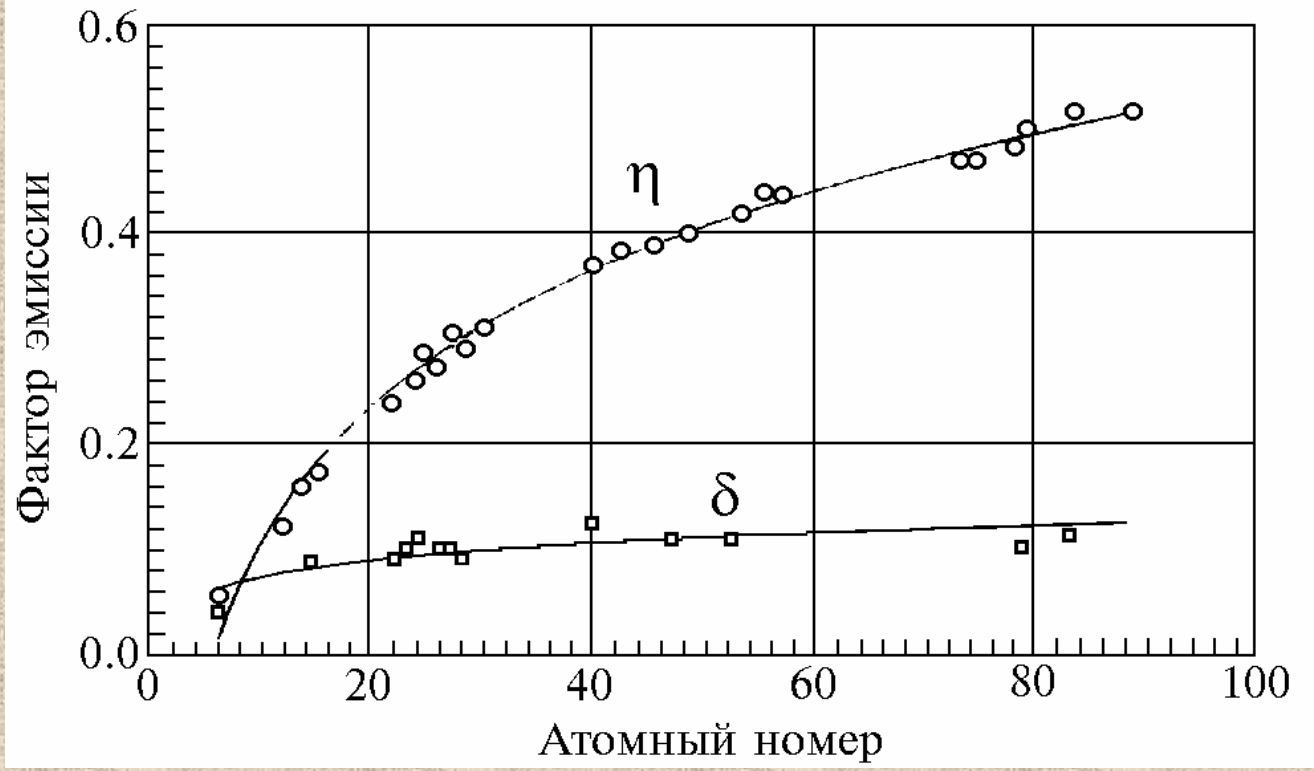
$$\eta_r = \frac{n_r}{n_z} = \frac{i_r}{i_z}$$

(здесь n_r, n_z - количество отраженных и падающих электронов соответственно, а i_r, i_z- ток отраженных электронов и ток зонда) зависит от атомного номера атомов мишени. Эта полуэмпирическая зависимость имеет вид

$$\eta = -0.0254 + 0.0016 Z - 1.86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8.3 \cdot 10^{-7} Z^3 + \ldots$$

причем для сложных мишеней, содержащих атомы разных элементов ($Z_1, Z_2, \ldots, Z_N$ - атомные номера элементов; $C_1, C_2, \ldots, C_N$- концентрации), с хорошим приближением можно считать, что средний коэффициент отражения равен

$$\bar{\eta} = \sum_{j=1}^{N} \eta_j C_j$$



Зависимость коэффициента эмиссии электронов от атомного номера элементов мишени

η- коэффициент отражения;

δ- коэффициент истинно вторичной эмиссии.

Наличие такой связи между током отраженных электронов и атомным номером элемента позволяет при определенных условиях качественно оценивать элементный состав приповерхностного слоя образца.

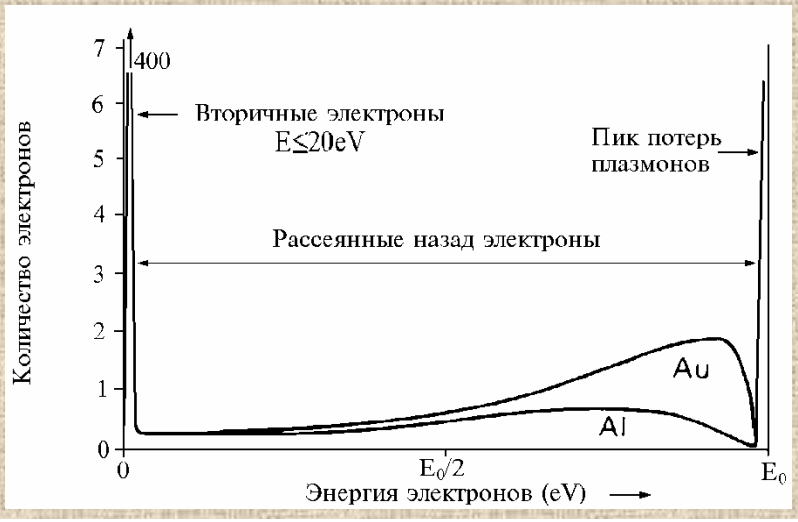
Вторичными электронами обычно называют электроны, эмитированные мишенью при бомбардировке её первичным электронным пучком. Они имеют непрерывный энергетический спектр от *0* до энергии электронов зонда - E_z и состоят из упруго и неупруго отраженных электронов и истинно вторичных электронов, образовавшихся в процессе взаимодействия электронов зонда с электронами зоны проводимости.

Истинно вторичные электроны имеют энергию существенно меньше *50эв*. Высокоэнергетическая часть спектра представляет здесь упруго и неупруго отраженные электроны. В низкоэнергетической части спектра (*5-10эв*) имеется острый и очень яркий пик - это и есть истинно вторичные электроны. Коэффициент эмиссии вторичных электронов определяется, как

$$\delta = \frac{n_s}{n_z} = \frac{i_s}{i_z} = \delta_s + \eta_e + \eta_{ne}$$

где n_s, i_s- число или ток вторичных электронов, n_z, i_z - число или ток электронов зонда, δ_s - коэффициент истинно вторичных электронов, η_e - коэффициент рассеяния упруго отраженных электронов, η_{ne} - коэффициент рассеяния неупруго отраженных электронов.

Следствием низкой энергии вторичных электронов является их малая глубина выхода. Для того чтобы покинуть поверхность мишени, электрон должен преодолеть энергетический барьер, равный работе выхода, которая составляет обычно несколько электрон-вольт. Поэтому вероятность выхода вторичных электронов резко убывает с увеличением глубины. Это не означает, конечно, что вторичные электроны генерируются только в тонкой приповерхностной области.



Энергетический спектр электронов покидающих поверхность мишени под действием электронов зонда.

Образование вторичных электронов происходит во всей области взаимодействия электронов зонда с мишенью, однако покинуть поверхность мишени могут лишь электроны, возникшие в тонком приповерхностном слое. Следует подчеркнуть, что вторичные электроны образуются не только непосредственно под действием первичных электронов зонда, но и за счет взаимодействия отраженных из более глубоких слоев электронов с электронами зоны проводимости в области их выхода из образца, т.е. вблизи поверхности выхода. Отсюда следует, что поперечные размеры области выхода вторичных и отраженных электронов совпадают. В то же время глубина выхода для вторичных электронов на два порядка меньше соответствующей величины для отраженных электронов и составляет приблизительно *0.003R*.

Вторичные электроны в отличии от рассеянных назад электронов не обнаруживают заметной зависимости от атомного номера. С увеличением угла наклона образца коэффициент эмиссии вторичных электронов δ_s возрастает, что связано с увеличением длины эффективного пути первичных электронов вблизи поверхности мишени, в то же время направления выхода вторичных электронов не меняются при наклоне мишени, т.е. направления выхода вторичных электронов изотропны относительно падающего пучка.

Механизмы образования рентгеновского излучения (непрерывный и характеристический спектры)

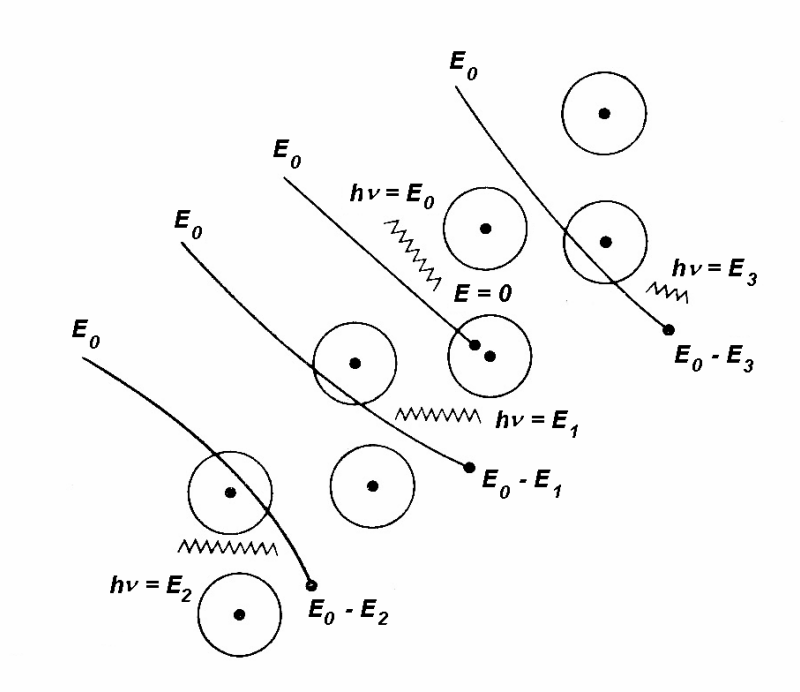


Схема возникновения непрерывного рентгеновского излучения за счет торможения электронов пучка в кулоновском поле атомов.

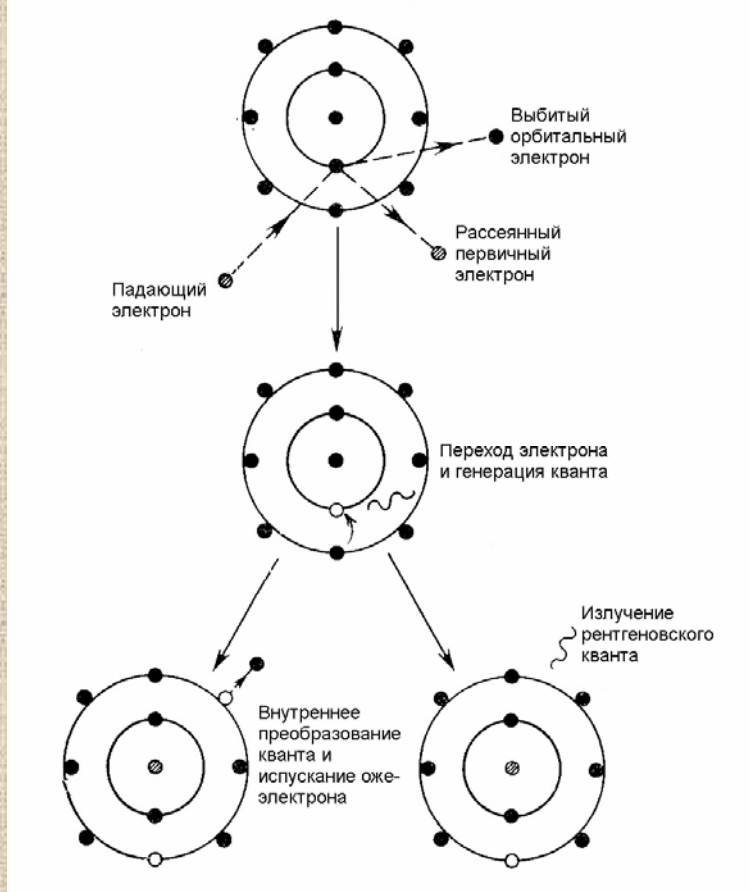
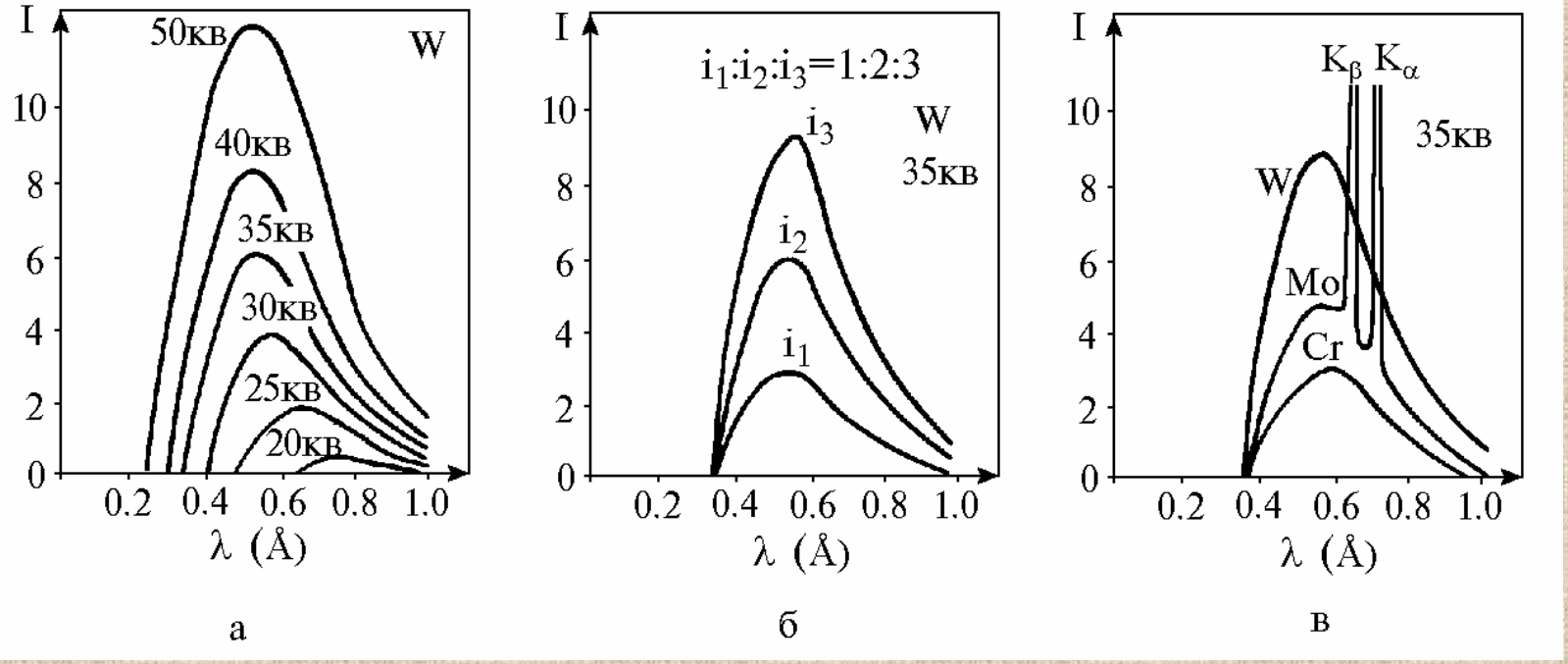


Схема процесса ионизации внутренней оболочки, приводящего к образованию оже-электрона или характеристического рентгеновского излучения.

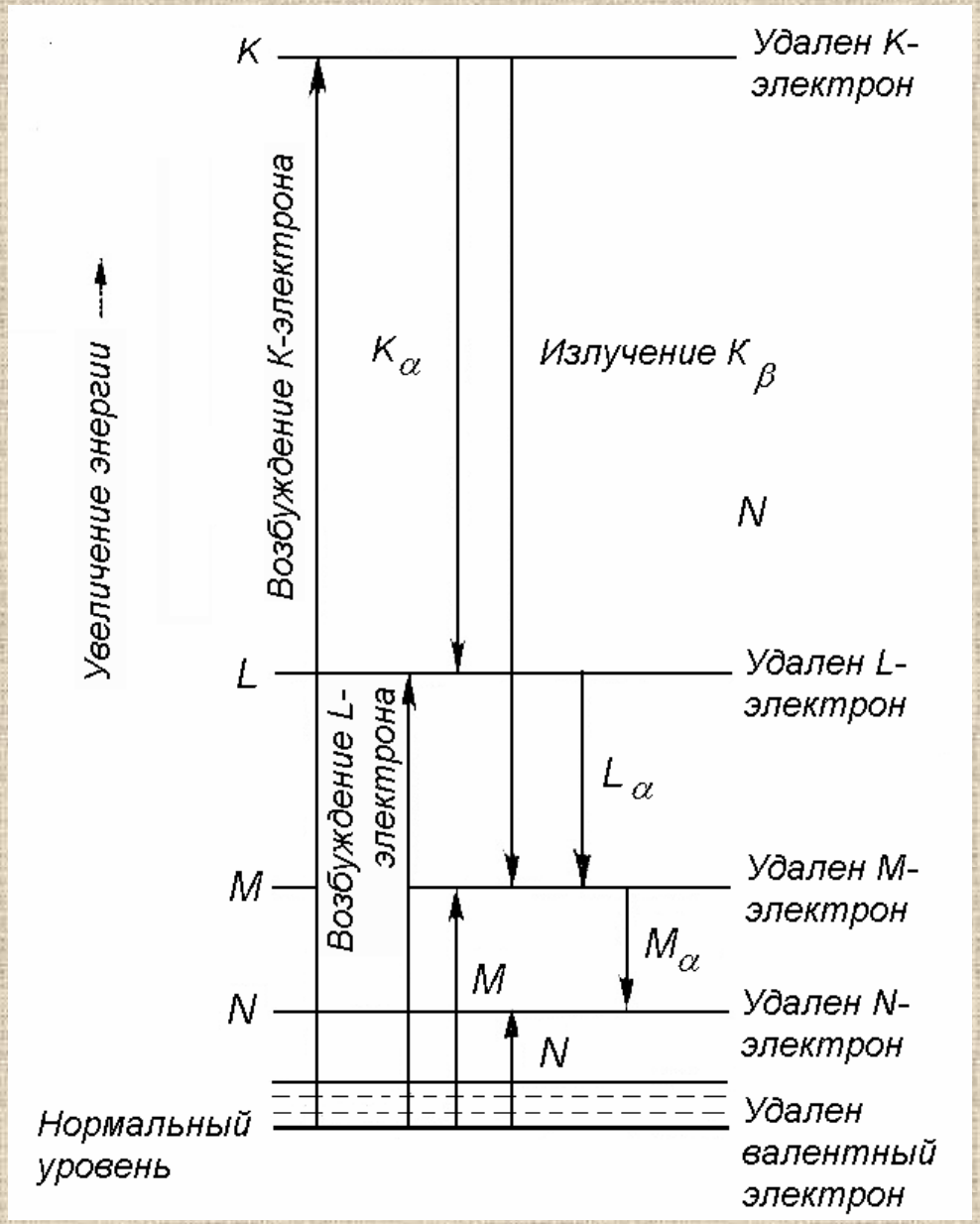


Общий вид рентгеновского спектра. а)-характер изменений рентгеновского спектра возбуждаемого на мишени из W с ростом ускоряющего напряжения; б)вид спектра для нескольких значений тока зонда; в)-рентгеновские спектры для трех различных материалов мишени.

$$I_T \sim i_z \cdot \bar{Z} \cdot \frac{E_z - E}{E} = i_z \cdot \bar{Z} \cdot \left(\frac{\lambda}{\lambda_{min}} \right)$$

$$\lambda_{min} = \frac{h\nu}{eE_z}$$

$$E_1 - E_2 = h\nu$$

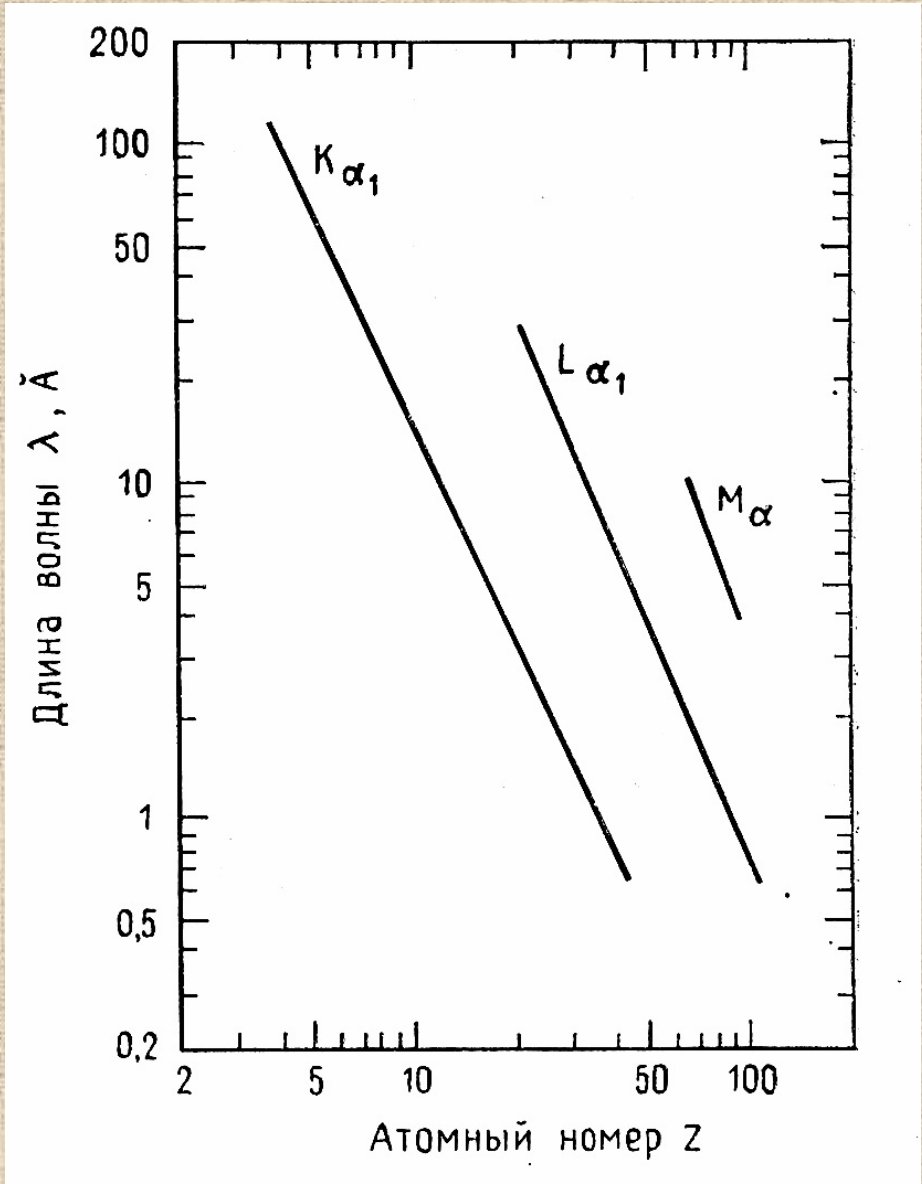


$$I_c \sim i_z \left(E_z - E_i \right)^{1.4}$$

Диаграмма энергетических уровней атома, иллюстрирующая возбуждение K; L, M- и N-оболочек и образование линий K_α, K_β ,L_α, M_α рентгеновского излучения (показано стрелками).

$$\lambda = \frac{B}{\left(Z - C \right)^2}$$

Закон Мозли



$$\lambda = \frac{B}{(Z - C)^2}$$

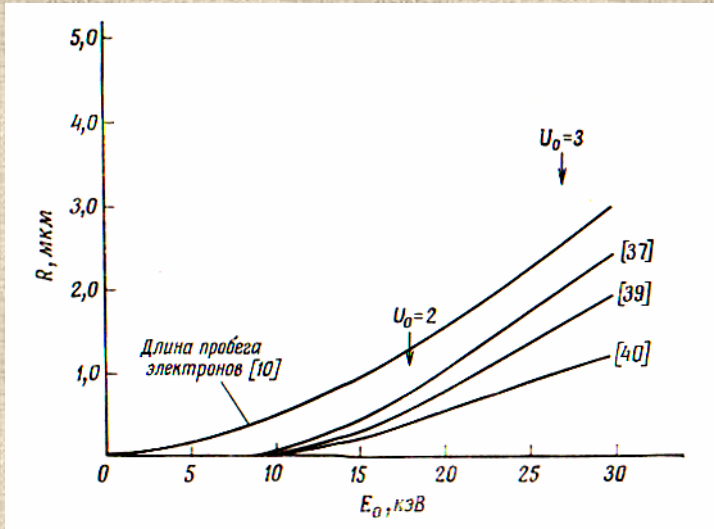
Закон Мозли для характеристических линий $K\alpha_1$, $L\alpha_1$, $M\alpha_1$

Анализ процессов генерации рентгеновского излучения показывает, что область генерации имеет значительно большие размеры, чем для отраженных или рассеянных электронов. Из формулы Канайе-Окаяма следует, что длина пробега электронов в веществе мишени определяется энергией электронов зонда. Совершенно ясно, что глубина генерации рентгеновского излучения меньше длины пробега электронов, так как для возбуждения характеристического излучения необходимо, чтобы энергия электронов была больше энергии возбуждения соответствующей линии, т.е. $E_0 > E_i$.

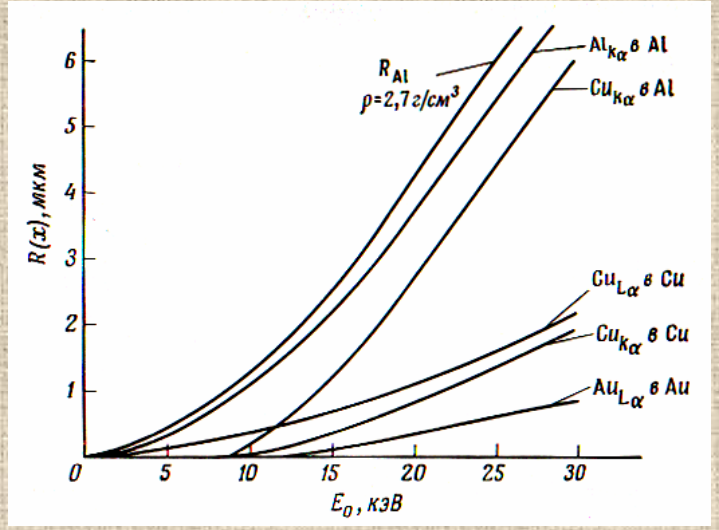
При взаимодействии рентгеновского излучения с веществом могут наблюдаться фотоэффект, связанное с ним поглощение рентгеновского кванта и когерентное и некогерентное рассеяние. Фотоэффект заключается в том, что атом, поглотивший рентгеновский квант, эмитирует электрон (фотоэлектрон) с одной из своих внутренних оболочек, после чего он может вернуться в исходное состояние либо путём испускания нового рентгеновского кванта (рентгеновская флуоресценция), либо выбросить второй электрон (оже-электрон) при безизлучательном переходе.

Прохождение рентгеновского излучения через слой вещества толщиной *z* сопровождается ослаблением его интенсивности (за счет фотоэффекта) по экспоненциальному закону

$$I = I_0 e^{-\mu z}$$

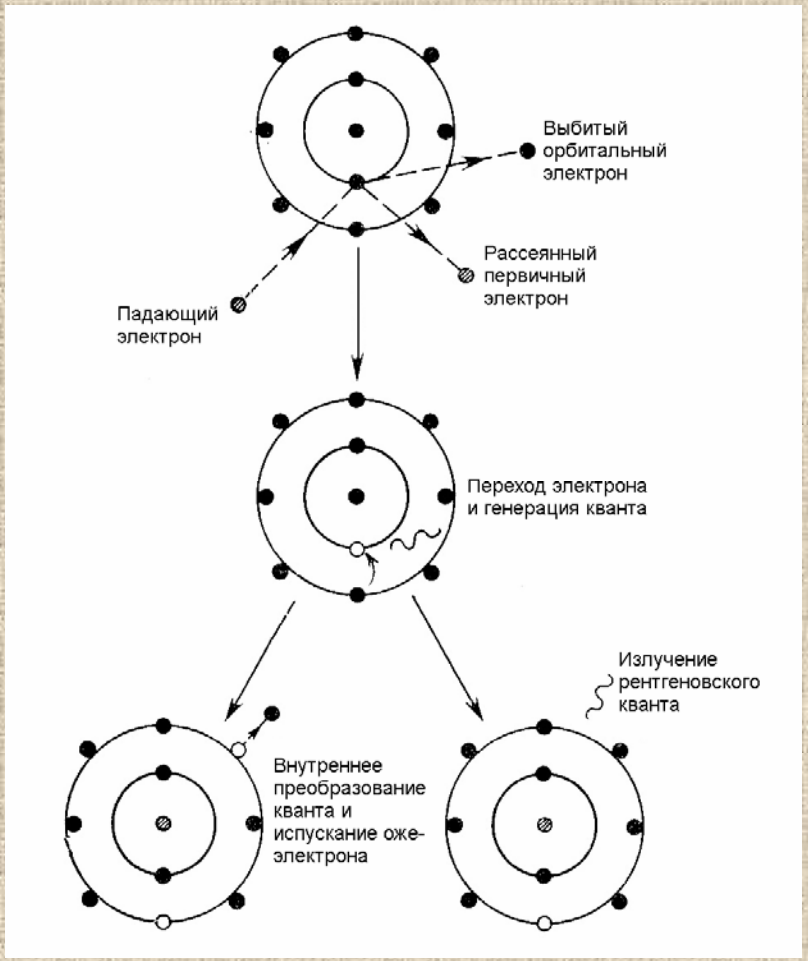


Зависимость глубины области генерации рентгеновского излучения CuK_α в Cu от энергии электронов зонда E_0



Зависимость глубины области генерации рентгеновского излучения $Al_{K\alpha}$, $Cu_{K\alpha}$, $Cu_{L\alpha}$, $Au_{L\alpha}$ от энергии зонда E_0

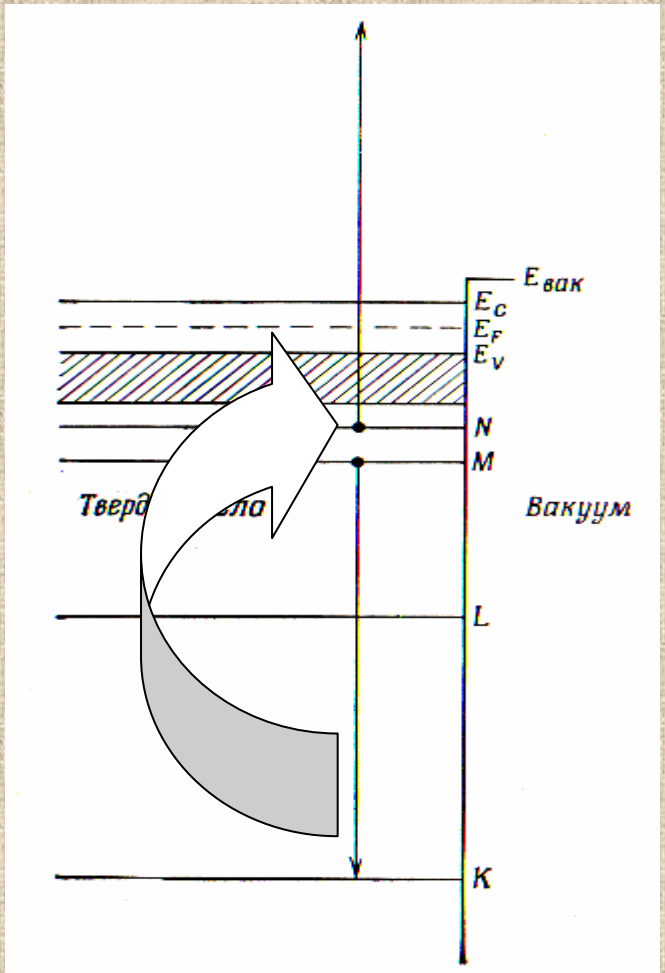
ОЖЕ-ЭЛЕКТРОНЫ



Оже-электроны. Этот эффект был открыт П.Оже в 1925 году. Суть явления состоит в том, что атом, возбужденный в результате ионизации внутренних электронных оболочек электронами зонда, может возвратиться в основное состояние путем безизлучательного перехода. Энергия возбуждения E_K-E_{L1} передается другому электрону, например, занимающему соседний уровень *L2*. Этот электрон выходит за пределы мишени и называется Оже электрон. Энергия такого электрона будет равна

$$E_K - E_{L1} - E_{L2} - \varphi_A$$

φ_A- здесь работа выхода.

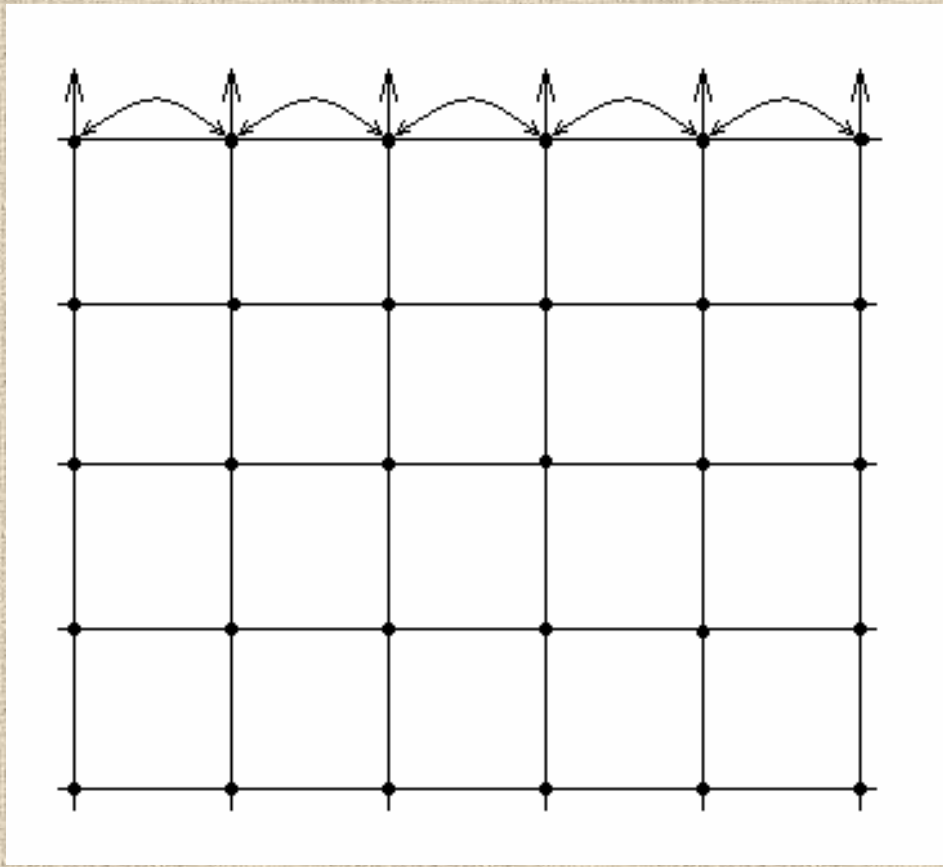


Поскольку в Оже-электронной эмиссии могут участвовать валентные электроны и существенную роль играет энергия связи с соседними атомами, энергия оже-электронов будет определяться химическим окружением. Под влиянием энергии связи электронные уровни могут смещаться на несколько эв. Поэтому Оже-спектры будут содержать информацию о химическом окружении атома, испустившего Оже-электрон.

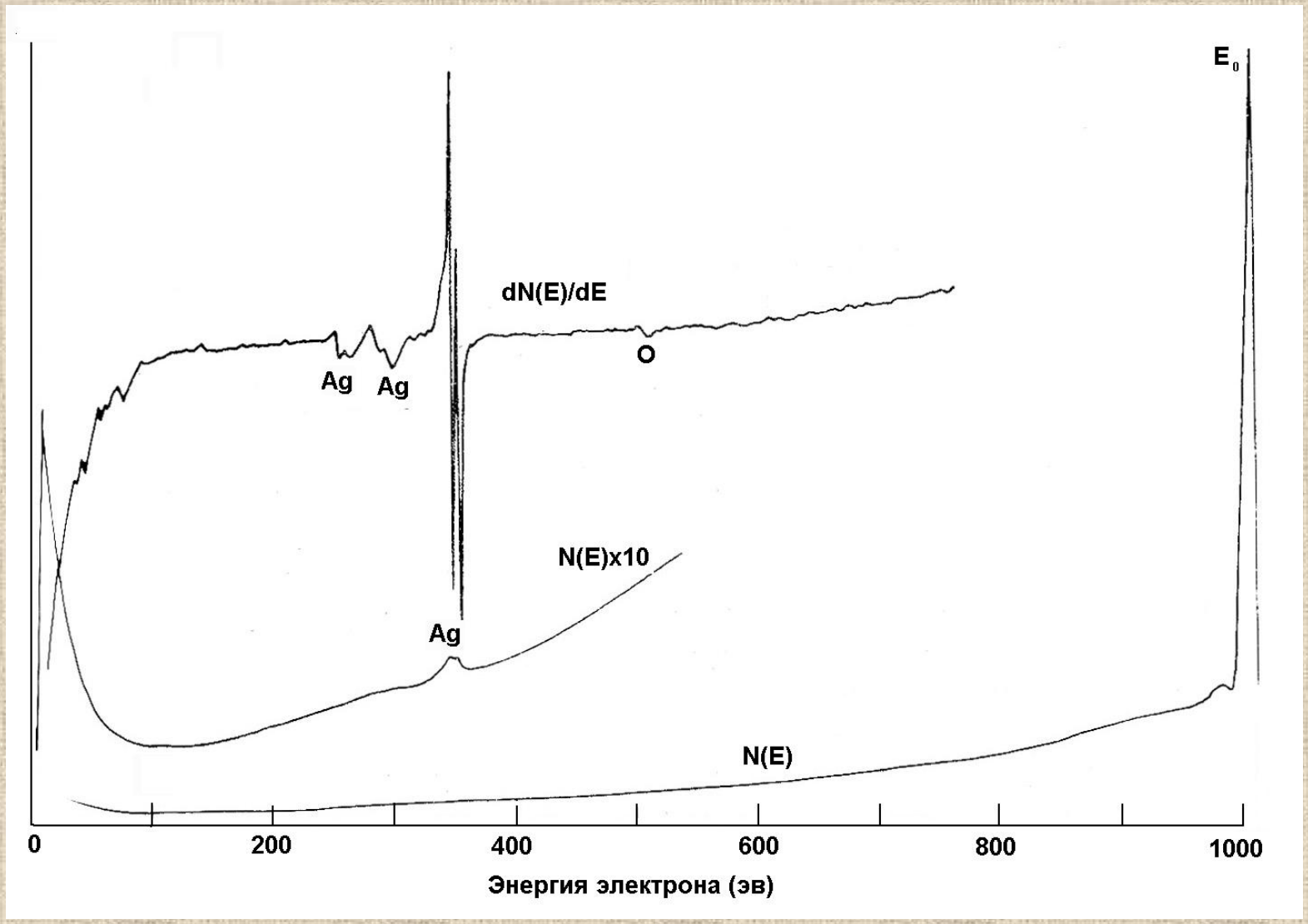
Другая особенность использования оже-электронов связана с очень малыми энергиями оже-электронов. Так для электронов с энергией от *50эв-2кэв* средняя длина пробега составляет около *0.1-2.0нм*.

Таким образом, область взаимодействия для оже-электронов будет ограничена толщиной под поверхностью мишени в несколько межатомных расстояний и площадью на поверхности, задаваемую диаметром зонда.

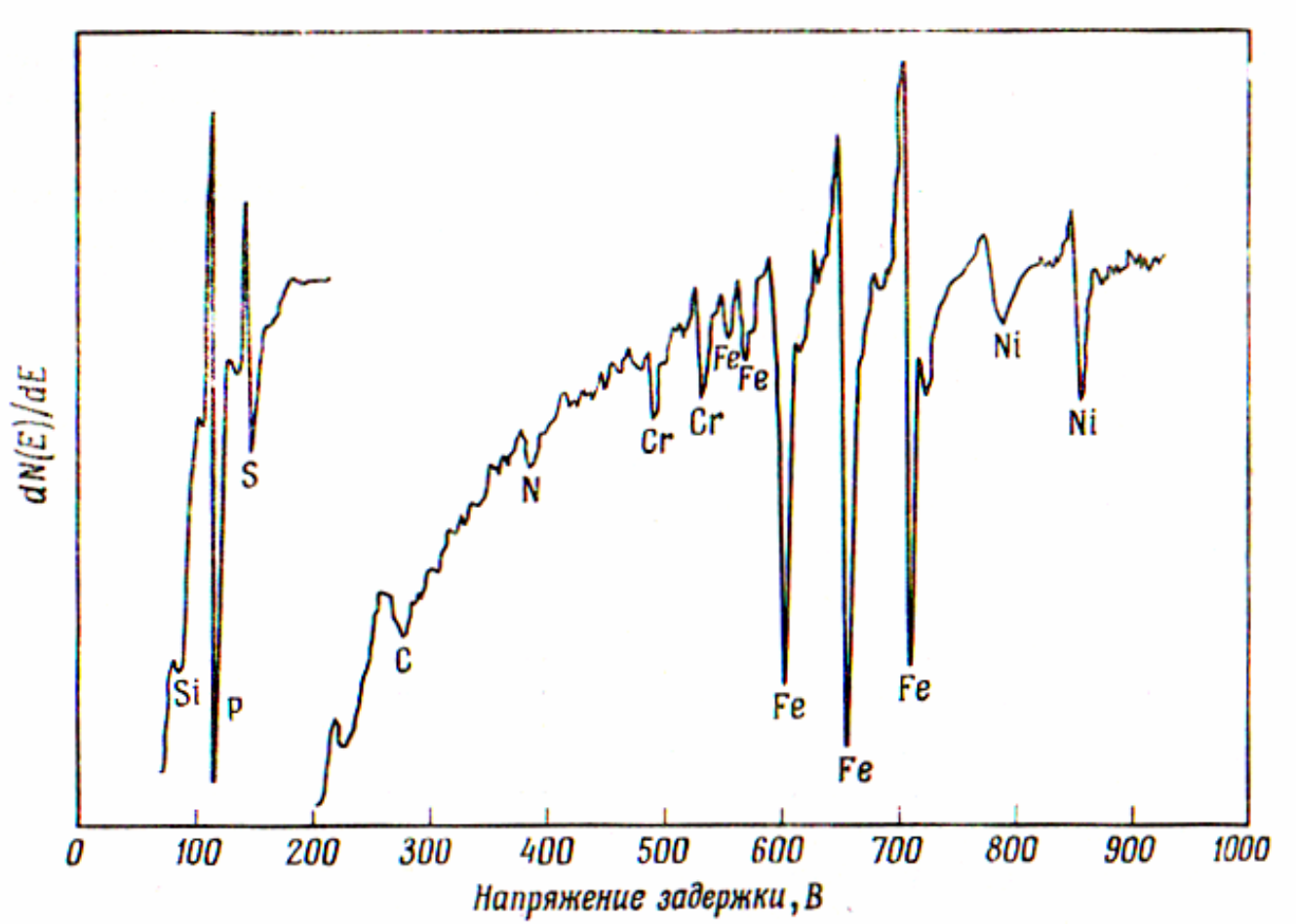
Основная область применения Оже-электронов в РЭМ - это исследования состояния атомов на поверхности мишени.



Структура свободной поверхности отличается от структуры той же плоскости в объеме кристалла т.к. атомы свободной поверхности перестраивается за счет замыкания связей. Это приводит смещению уровней энерги в зонной структуре и изменению энергии Оже-электров выходящих с поверхности .



Интегральный и дифференциальный спектры Ag. Энергия зонда 1кэв.

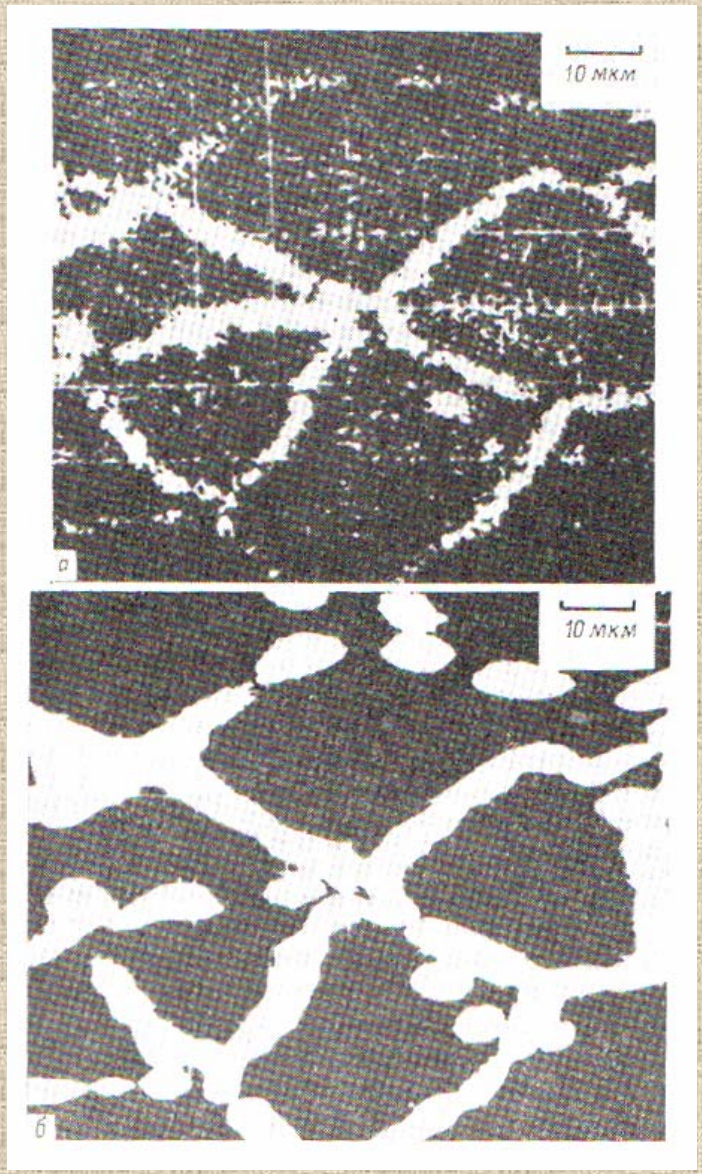


Дифференциальный спектр Оже-электронов для нержавеющей стали

КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ

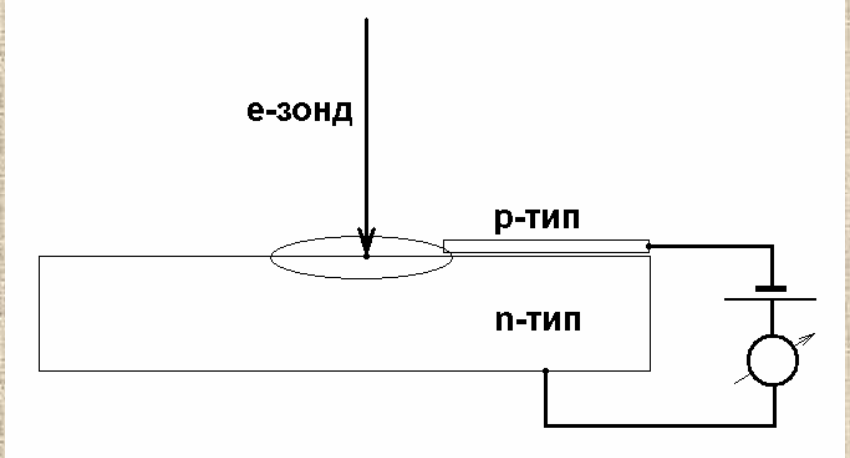
Катодолюминесценция - это электромагнитное излучение, возникающее при возбуждении кристаллической решетки мишени под действием электронов зонда. Ускоренные электроны, попадая в кристаллическую решетку диэлектрика или полупроводника, вызывают ионизацию атомов, образуются электронно-дырочные пары, рекомбинация которых вблизи оптических центров приводит к появлению фотонов, спектр которых аналогичен спектру фотолюминесценции для данной решетке. Спектр катодолюминесценции располагается обычно в ультрафиолетовой или видимой части спектра и характеризует тип центра рекомбинации.

Изучение спектров катодолюминесценции позволяет исследовать распределение и тип центров рекомбинации в кристаллической решетке.

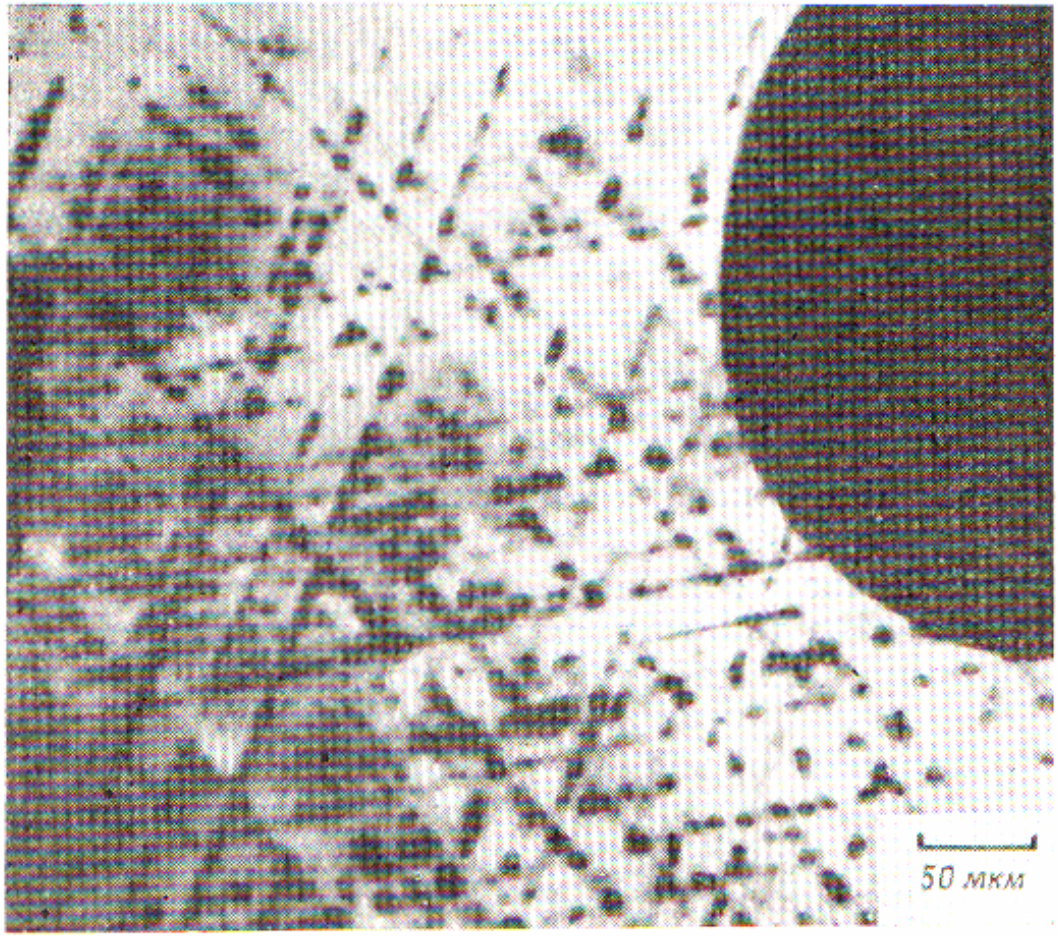


РЕМ – изображение фрагмента высокотемпературного сплава на основе Zr. Светлые линии и пятна - выделения ZrO_2 на границах зерен.
а) – изображение получено в ренгеновских лучах;
б) – изображение той же области в сигнале катодолюминесценции.

НАВЕДЕННЫЙ ТОК

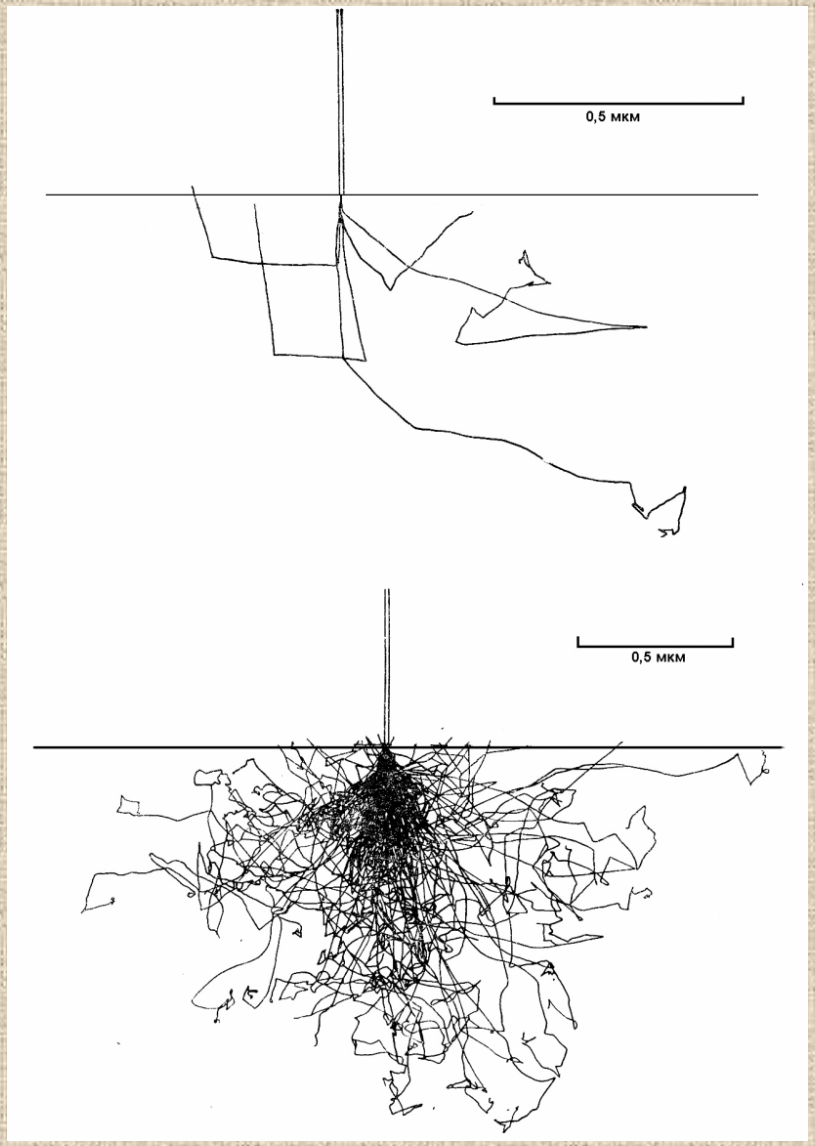


Наведенный ток - это увеличение электропроводности диэлектриков и полупроводников, возникающее при бомбардировке поверхности мишени электронами зонда, в результате чего в кристаллической решетке за счет неупругих процессов потерь энергии электронами зонда генерируются электронно-дырочные пары. Если в кристаллической решетке присутствуют какие-либо электрически активные дефекты, они будут служить центрами рекомбинации, при этом будет изменяться ток, снимаемый с мишени. Картины распределения наведенного тока по поверхности образца будут содержать информацию о распределении электрически активных дефектов в образце.



РЭМ-изображение в наведенном токе образеца кремния с нанесенным диодом Шотки (фрагмент круглого темного пятна). На изображении наблюдаются дефекты кристаллической структуры (дислокации). Вблизи дефектов за счет повышения рекомбинации носителей уменьшается ток диода Шотки и появляется контраст дефектов в виде темных полосок.

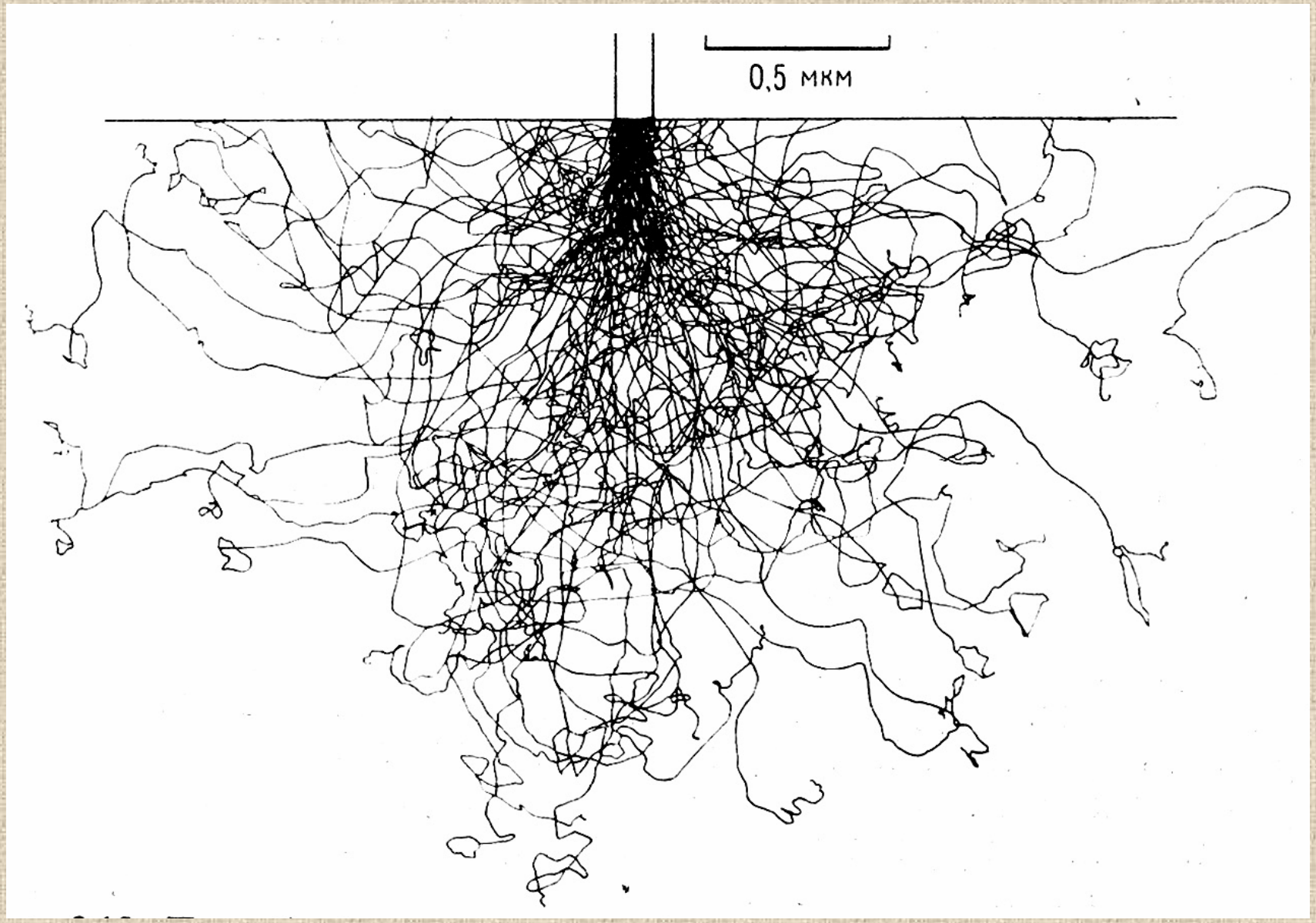
ОБЛАСТЬ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОНОВ ЗОНДА С ВЕЩЕСТВОМ



Электронные траектории, полученные моделированием взаимодействия пучка с атомами мишени (Fe) методом Монте-Карло, E_0=20 кэВ

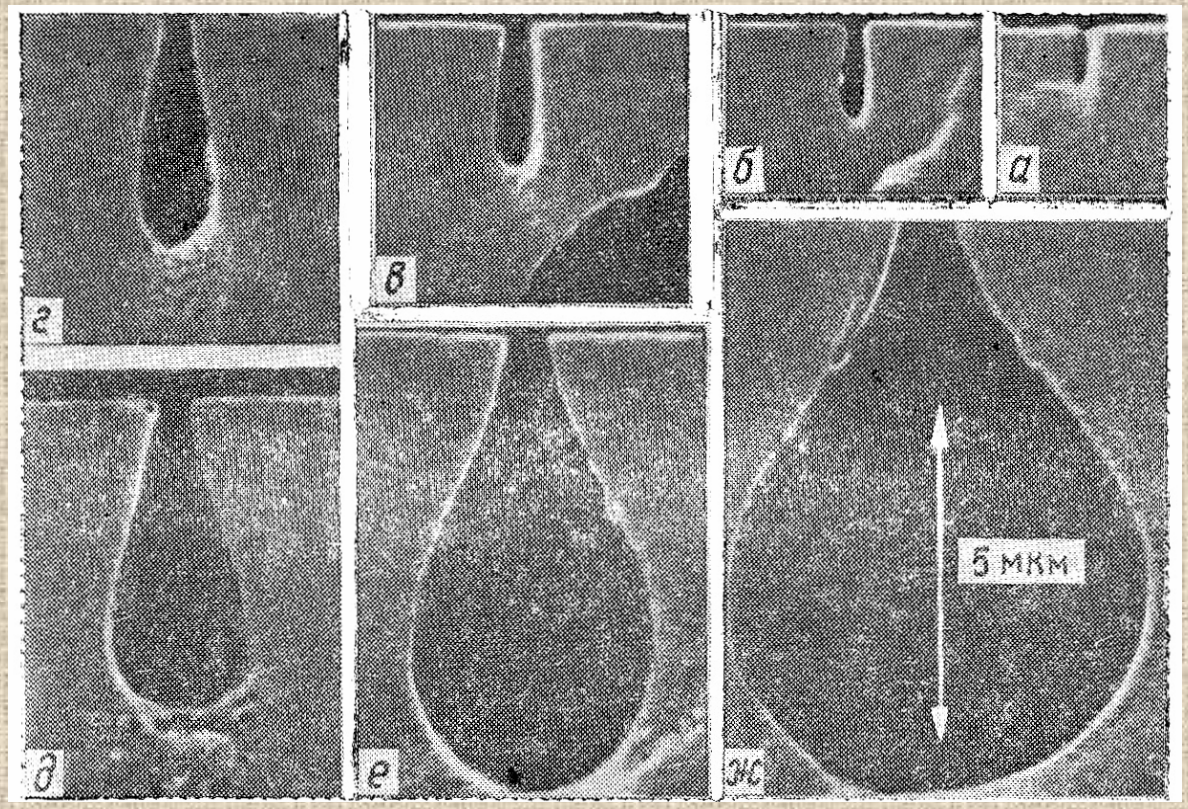
(а) - набор из пяти траекторий, показывающий случайные изменения траекторий;

(б) - из 100 траекторий, дающий визуальное представление об области взаимодействия; угол наклона пучка к поверхности образца - 0°.


0,5 мкм

Электроны зонда, проникая в материал мишени, многократно взаимодействуют с электронами атомов, решётки, с электрическими полями ядер, теряя энергию вплоть до захвата электрона зонда каким-либо центром решетки. Так как траектории движения каждого электрона имеют весьма сложную форму, в образце мишени образуется область, в которой электроны зонда растрачивают всю свою энергию. Эта область получила в литературе название области взаимодействия

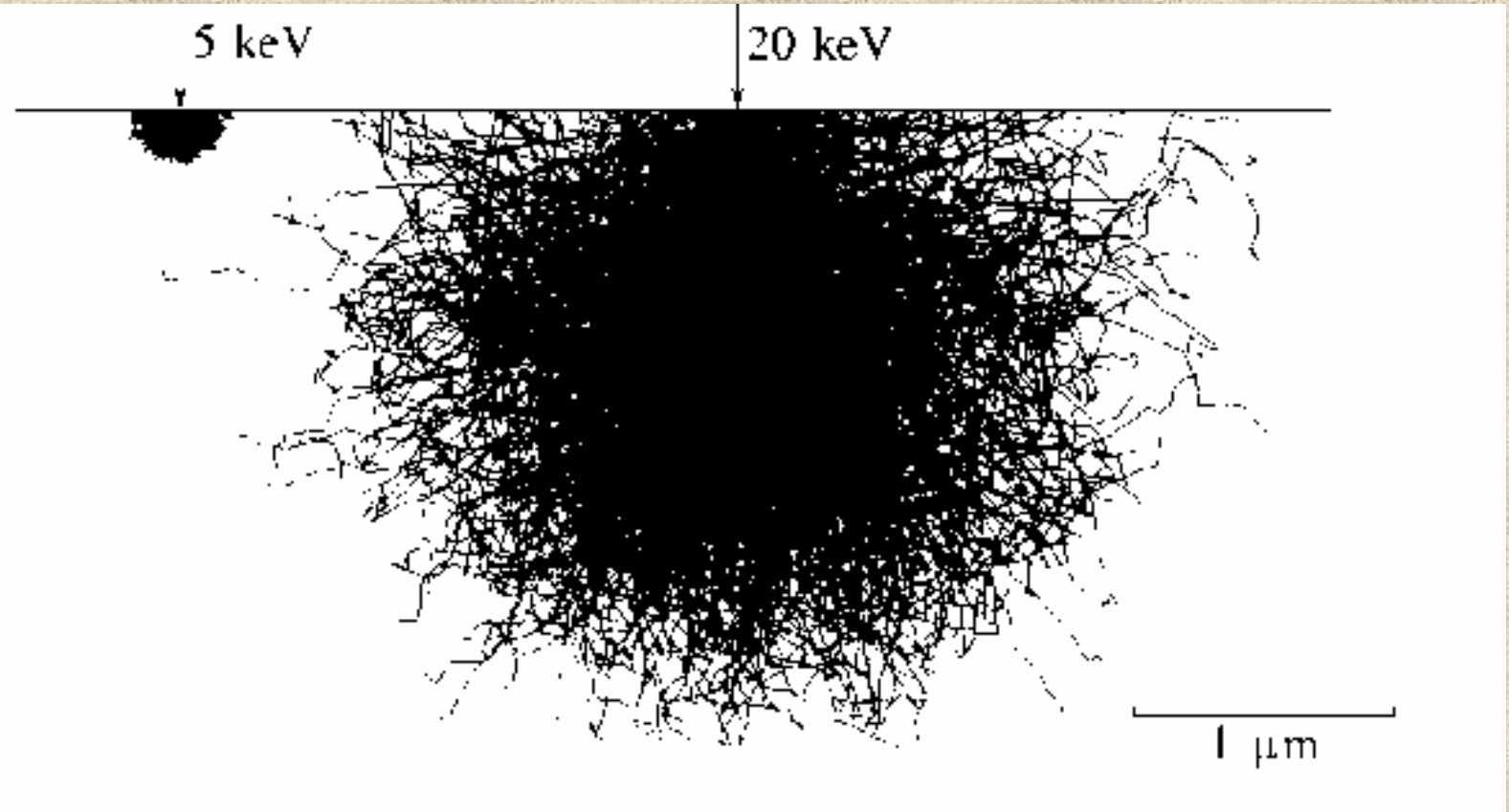
Общий вид области взаимодействия электронов зонда с мишенью.



Фотографии а) -- ж) соответствуют одной и то же дозе электронного облучения, а время травления увеличивается с целью выявления контуров меньшей плотности потерь энергии

Непосредственная визуализация области взаимодействия электронов с мишенью.
В качестве мишени используется слой фоторезиста (например полиметилметакрилат ПММА) нанесенный на подложку.

Молекулы фоторезиста разрушаются под действием электронного пучка (фотохимические реакции). Можно подобрать специальные растворители, которые удаляют фрагменты разложившихся молекул, в результате образуются полости соответствующие области взаимодействия электронов зонда с мишенью. Разрезая объект-фоторезист по середине полости можно наблюдать ее контур.



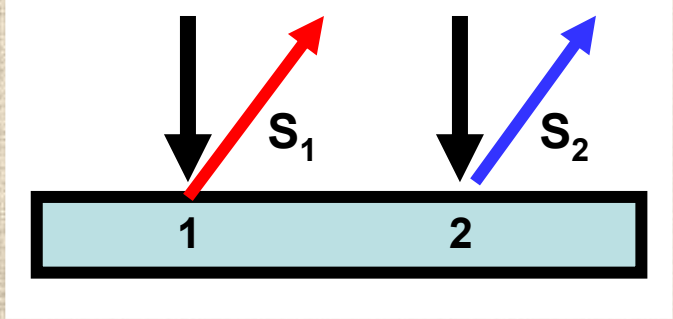
Характер траекторий электронов, полученных в результате расчета по методу Монте-Карло, и формирование области взаимодействия для энергии электронов зонда 5 kev и 20kev.

4. ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ СИГНАЛОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В РЭМ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ

МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ВИДЕОСИГНАЛА В РЭМ

ОСНОВНЫЕ МЕХАНИЗМЫ образования ИЗОБРАЖЕНИЯ В РЭМ. ПОНЯТИЕ КОНТРАСТА

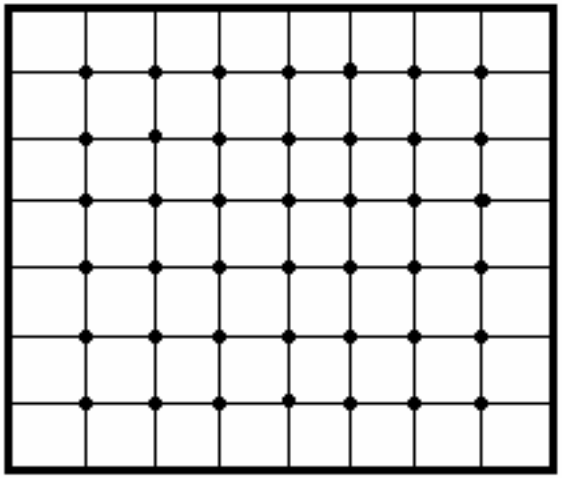
Механизмы формирования изображения в РЭМ отличаются от формирования изображения в оптическом или просвечивающем электронных микроскопах. В оптическом и просвечивающем ЭМ изображение формируется при помощи линз и носит, таким образом, дифракционный характер. Изображение в РЭМ - это результат отображения изменений от точки к точке в характере взаимодействия электронов зонда с поверхностью мишени. Если в точке A_1 вторичный сигнал имеет величину S_1, а в соседней точке A_2 - соответственно S_2, то говорят, что существует контрастность между этими точками, характеризуемая коэффициентом контраста



$$C = 2 \cdot \frac{S_1 - S_2}{S_1 + S_2} = \frac{\Delta S}{\overline{S}}$$

1. **Контраст, определяемый атомным составом мишени;**
2. **Топографический контраст;**
3. **Контраст каналирования электронов;**
4. **Магнитный контраст;**
5. **Потенциальный (вольтовый) контраст.**

МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ВИДЕОСИГНАЛА В РЭМ



M(2d)

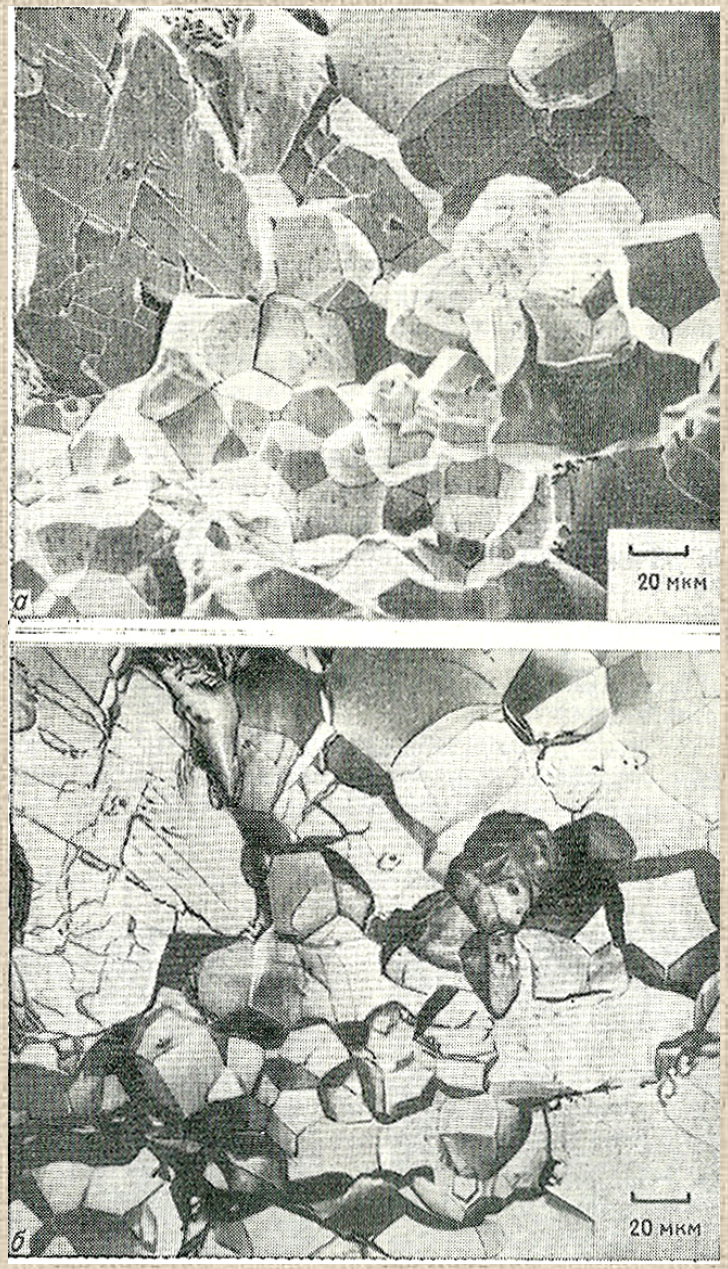
$$\mathbf{M}(2d) \Rightarrow \mathbf{F}\{\mathbf{M}(2d)\} = \mathbf{M}'(2d)$$

Оператор F позволяет преобразовывать матрицучисел M практически по любому правилу

1. Обращение контраста

Иногда при анализе сложных изображений бывает удобно изменить знак контраста на обратный. Это легко достигается вычитанием видеосигнала из некоторой постоянной составляющей . В современных растровых микроскопах обычно имеется такой режим работы.

$$f'(x,y) = A - f(x,y)$$



Пример обращения контраста

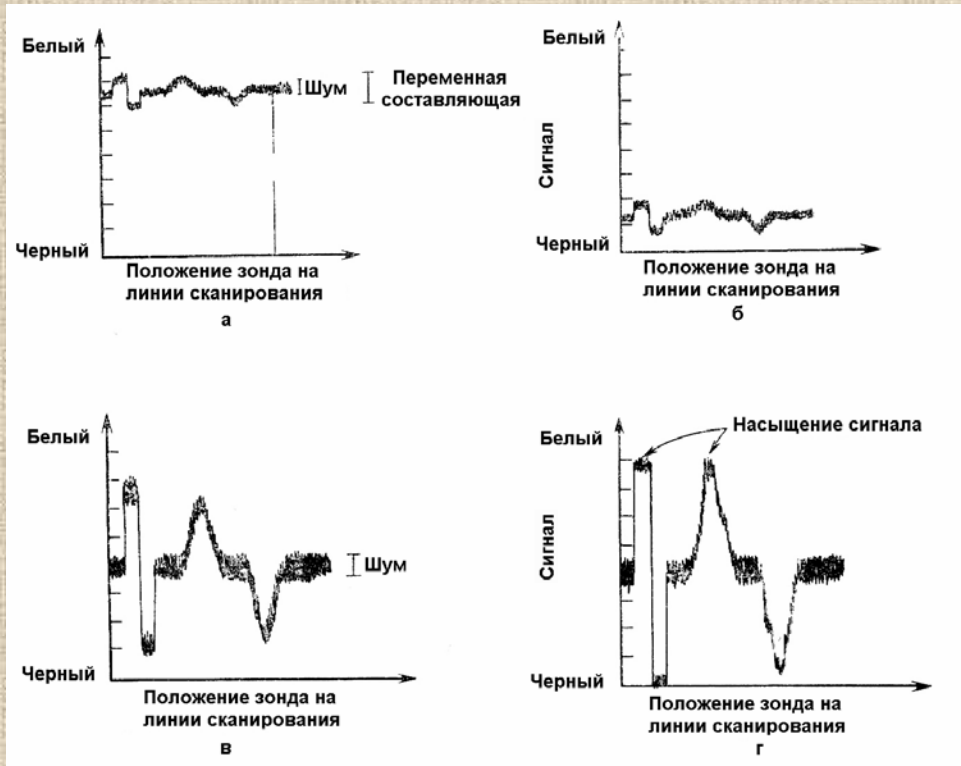
а) - Первичное изображение, полученное с помощью детектора Эверхарта-Торнли;

б) - тот же участок после ображения контраста

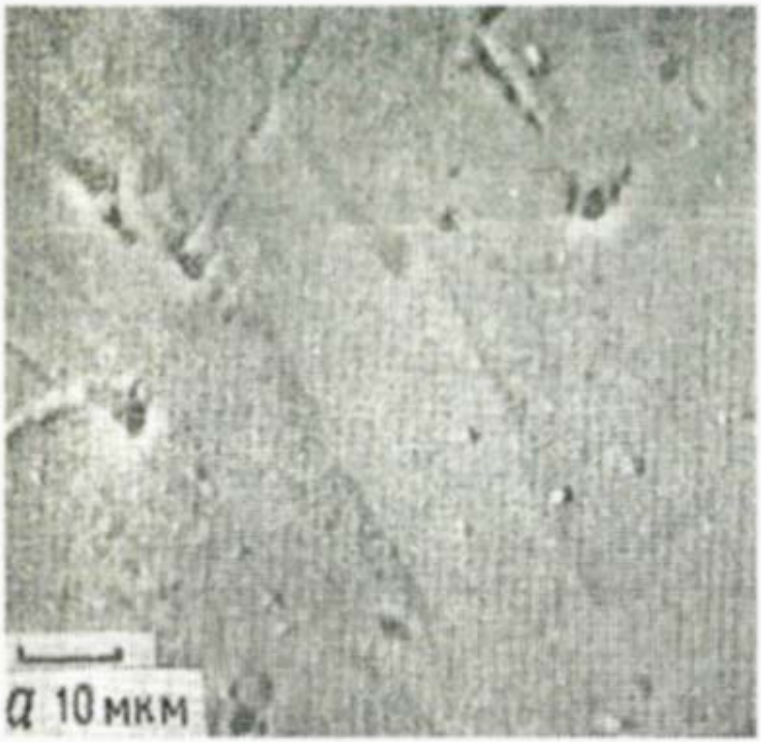
2. Дифференциальное усиление

Этот метод обработки изображения иногда называется в литературе "методом подавления постоянной составляющей" и состоит в вычитании из функции изображения некоторой постоянной составляющей (пьедестала) и последующего усиления в *K* раз полученной разности

$$f'(x,y) = K \cdot \left[f(x,y) - a \right]$$



Сигнал при сканировании вдоль линии от образца, который создаст слабый исходный контраст (а).
Первая ступень дифференциального усиления: вычитание фиксированной постоянной составляющей (б).
Вторая ступень дифференциального усиления, при которой разностный сигнал подвергается линейному усилению, за счет чего происходит расширение диапазона уровней серого, в котором отображается информация, содержащаяся в контрасте *(в).*
Избыточное применение дифференциального усиления, при котором происходит насыщение сигнала (г).

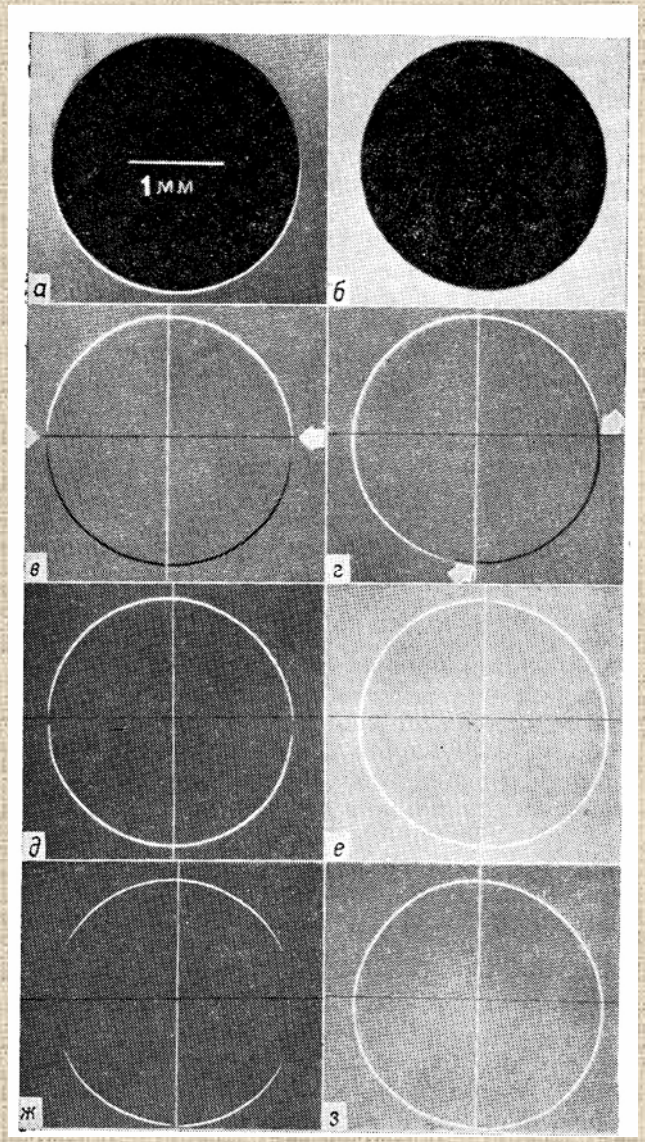


Эвтектика аллюминий-кремний
а) – исходный контраст (~7%);
в) – то же изображение обработанное методом дифференциального усиления

3. Дифференцирование сигнала

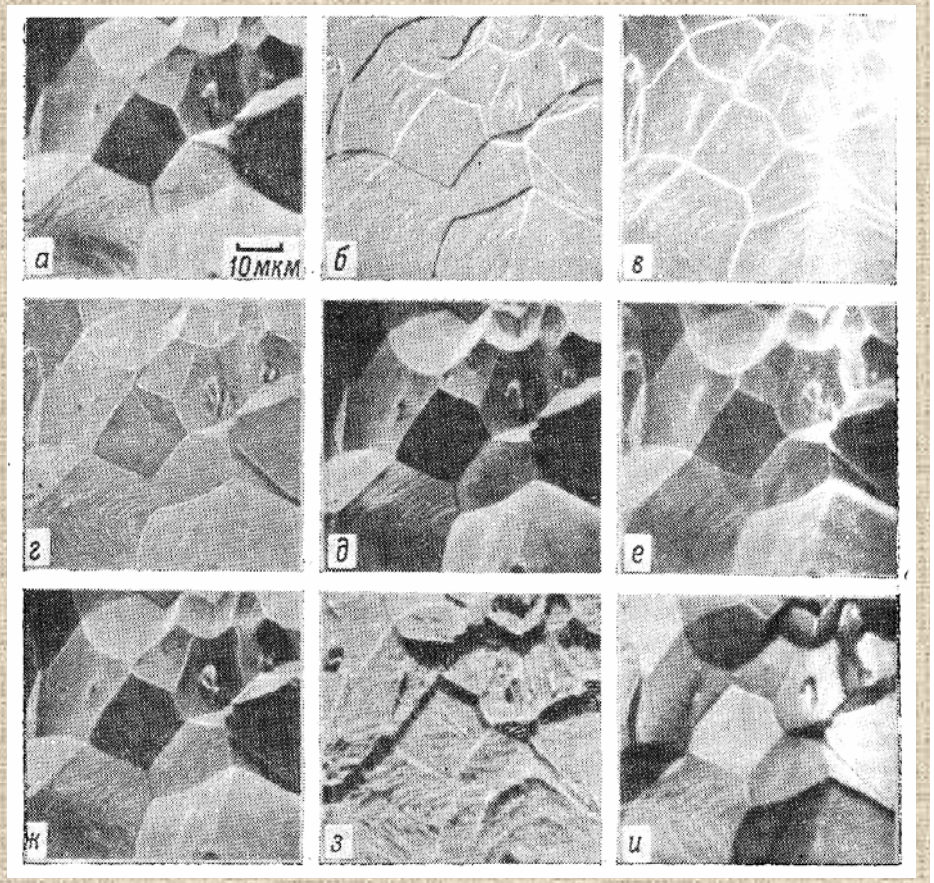
Дифференцирование изображения позволяет выделить высокочастотные составляющие сигнала и таким образом сделать более рельефными быстрые изменения контраста, например, края зерен, приводя к "оконтуриванию" разнообразных деталей изображения. Медленные изменения сигнала отображаются при дифференцировании средними значениями динамического диапазона. Поэтому обработка изображения путем его дифференцирования особенно полезна при определении положения, размеров и формы деталей изучаемого объекта. Поскольку дифференцирование по времени по существу соответствует дифференцированию по координате *x*, изображение приобретает определенную анизотропию, которая отсутствует в реальном объекте. Это следует иметь в виду особенно при отображении деталей, параллельных оси

$$f'(x,y) = \frac{d}{dx} f(x,y)$$



Изображения отверстия при применении различных способов диффренцирования по времени

а) - исходное изображение;
б) - инвертированное изображение в режиме поглощенного тока используемое для обработки;
в) - изображение в сигнале первой производной, строки вертикальны и идут сверху вниз;
г) – изображение в сигнале первой производной по времени, сканирование производится в двух взаимно перпендикулярных направлениеях;
д) – изображение в сигнале абсолютного значения первой производной;
е) - изображение в сигнале абсолютного значения первой производной, сканирование производится в двух взаимно перпендикулярных направлениях;
ж) - в сигнале второй производной по времени;
з) - изображение в сигнале второй производной по времени, сканирование производится в двух взаимно перпендикулярных направлениях.



Изображения поверхности излома, полученные при применении различных типов обработки сигнала

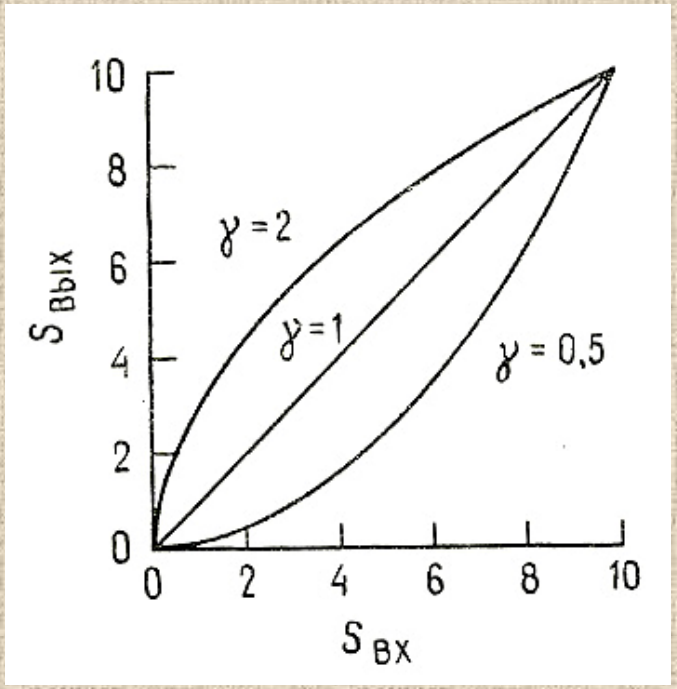
а) - исходное изображение;
б) - изображение в сигнале первой производной по времени;
в) - изображение в сигнале абсолютного значения первой производной по времени;
г) - изображение в сигнале второй производной по времени;
д) - смесь 50% исходного изображения плюс 50% изображения в сигнале первой производной по времени;
е) - смесь 50% исходного изображения плюс 50% изображения в сигнале абсолютного значения первой производной; ж) - смесь 50% исходного изображения плюс 50% изображения в сигнале второй производной по времени;
з) - изображение в режиме У-модуляции;
и) - обращенный контраст.
Энергия пучка 20 кэв.

4. Нелинейное усиление (гамма-режим обработки)

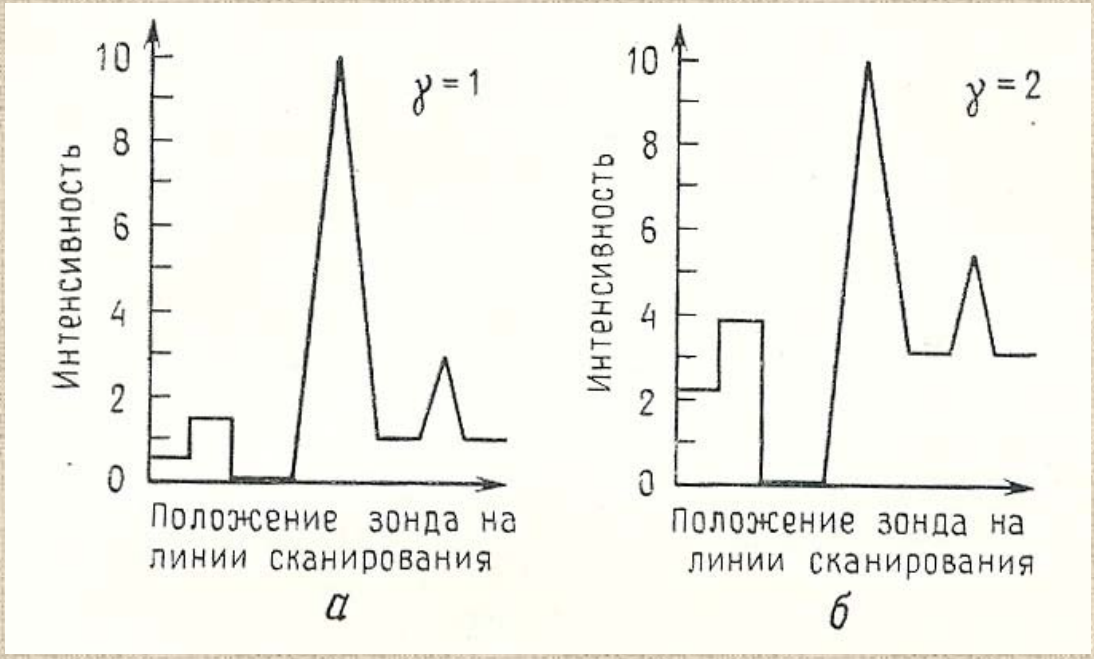
В целом ряде случаев возникает ситуация, когда некоторая часть деталей изображения заключена в очень узком интервале динамического диапазона, в то время как другая часть изображения охватывает весь динамический диапазон. В этом случае единственным способом наблюдения является нелинейное усиление видеосигнала, т.е. искусственное "деформирование" изображения .

$$f(x,y) = \left[f(x,y) \right]^{1/\gamma}$$

Изменяя величину γ от нескольких десятых долей до нескольких единиц, можно перемещать область повышенного контраста по всему динамическому диапазону.



Передаточная характеристика нелинейного усиления



Осциллограмма сигнала
а) – сигнал охватывает весь динамический диапазон, γ=1;
б) – тот же сигнал в режиме нелинейного усиления γ=2

Гамма-обработка изображения для улучшения видимости отдельных деталей контраста

Щитовидная железа мыши:
а) – линейное усиление;
б) – γ–обработка, $\gamma=2$

5. Y-модуляция

Этот способ обработки видео изображения позволяет получить на экране псевдо-пространственное изображение объекта за счёт того, что видеосигнал управляет не яркостью на мониторе, а величиной смещения по координате *y*. При этом получается как бы рельефное (псевдо трехмерное) изображение поверхности и усиливается изображение мелкомасштабной структуры образца. Необходимо отметить, что обработка изображения при помощи *Y*-модуляции искажает пространственное расположение деталей на картинке изображения и поэтому не может быть использовано для измерения положения последних.

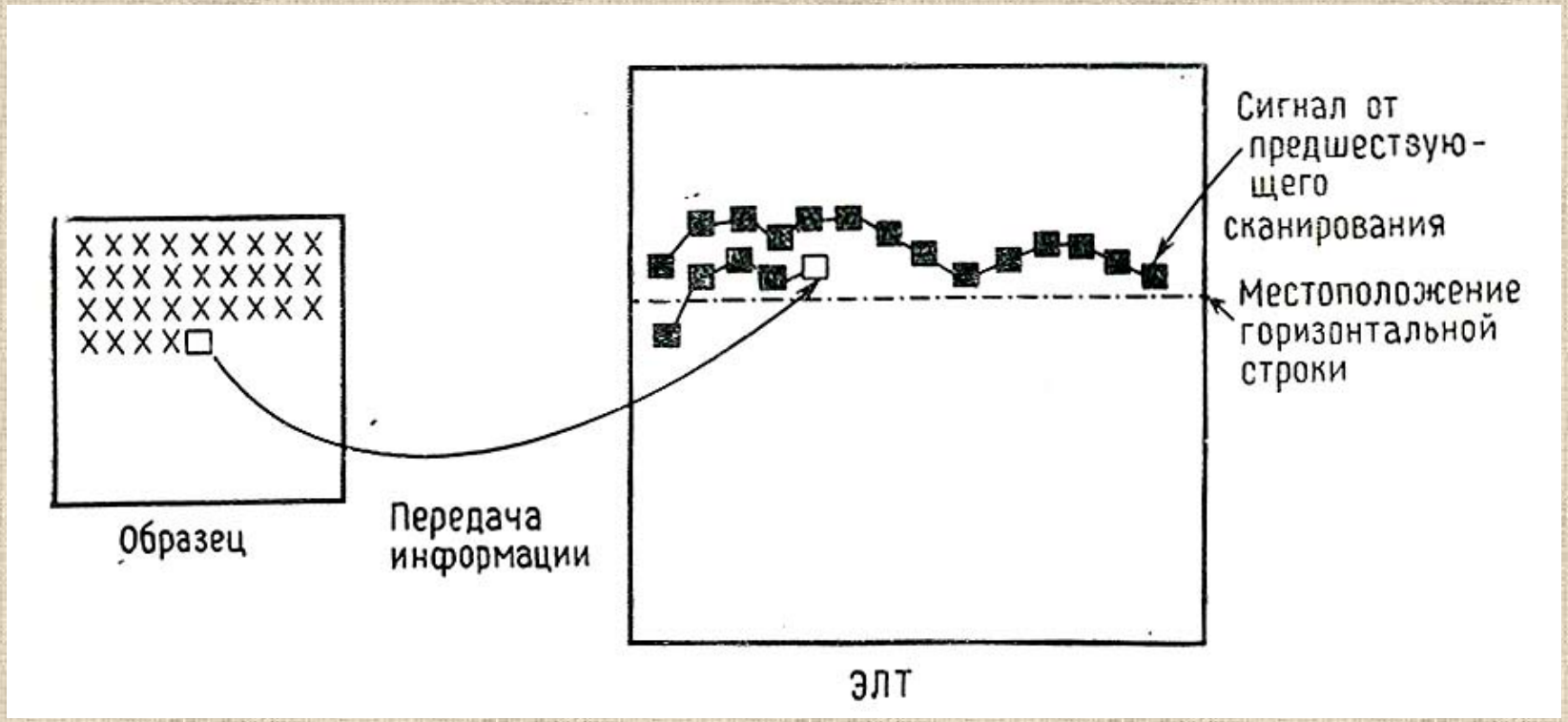
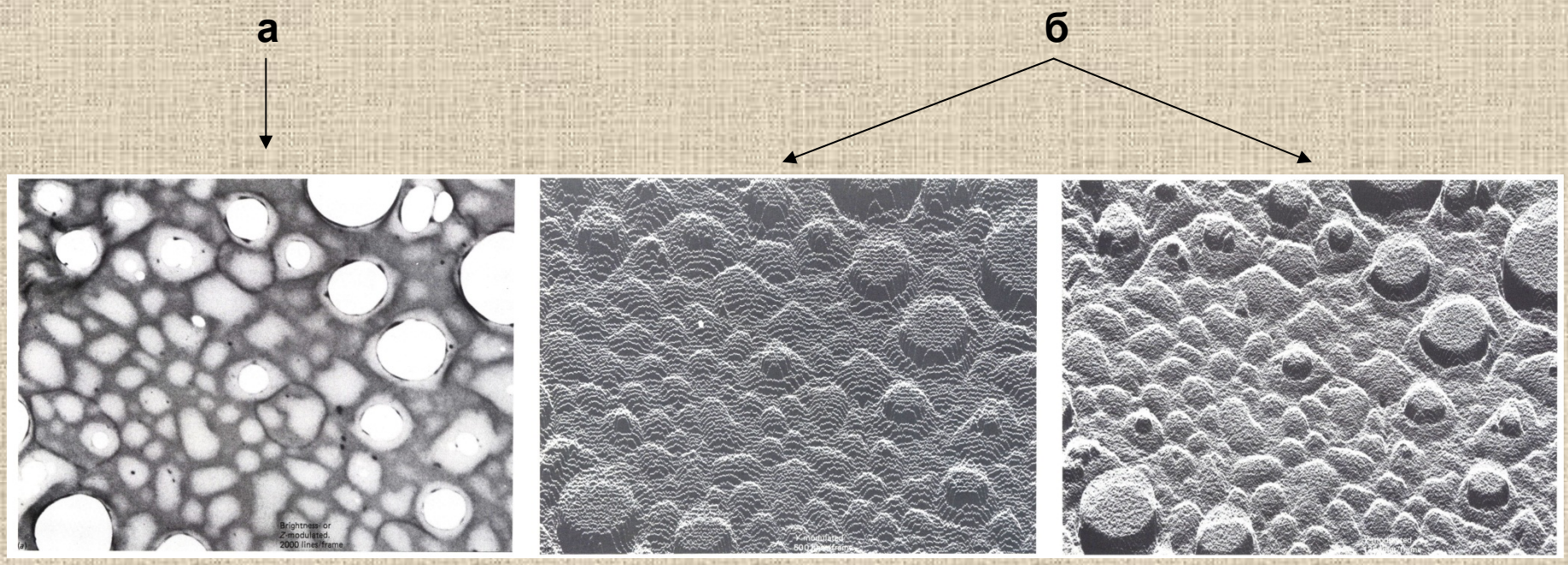


Схема образования изображения в режиме Y-модуляции



а) - SEM изображение перфорированной углеродной пленки в режиме линейного усиления;
б) - тот же объект - в режиме Y-модуляции

Как видно из снимка изображение полученное в режиме *Y-модуляции* является псевдо-трехмерным и в некоторых случаях позволяет представить исследуемый объект более рельефно и понять его устройство.

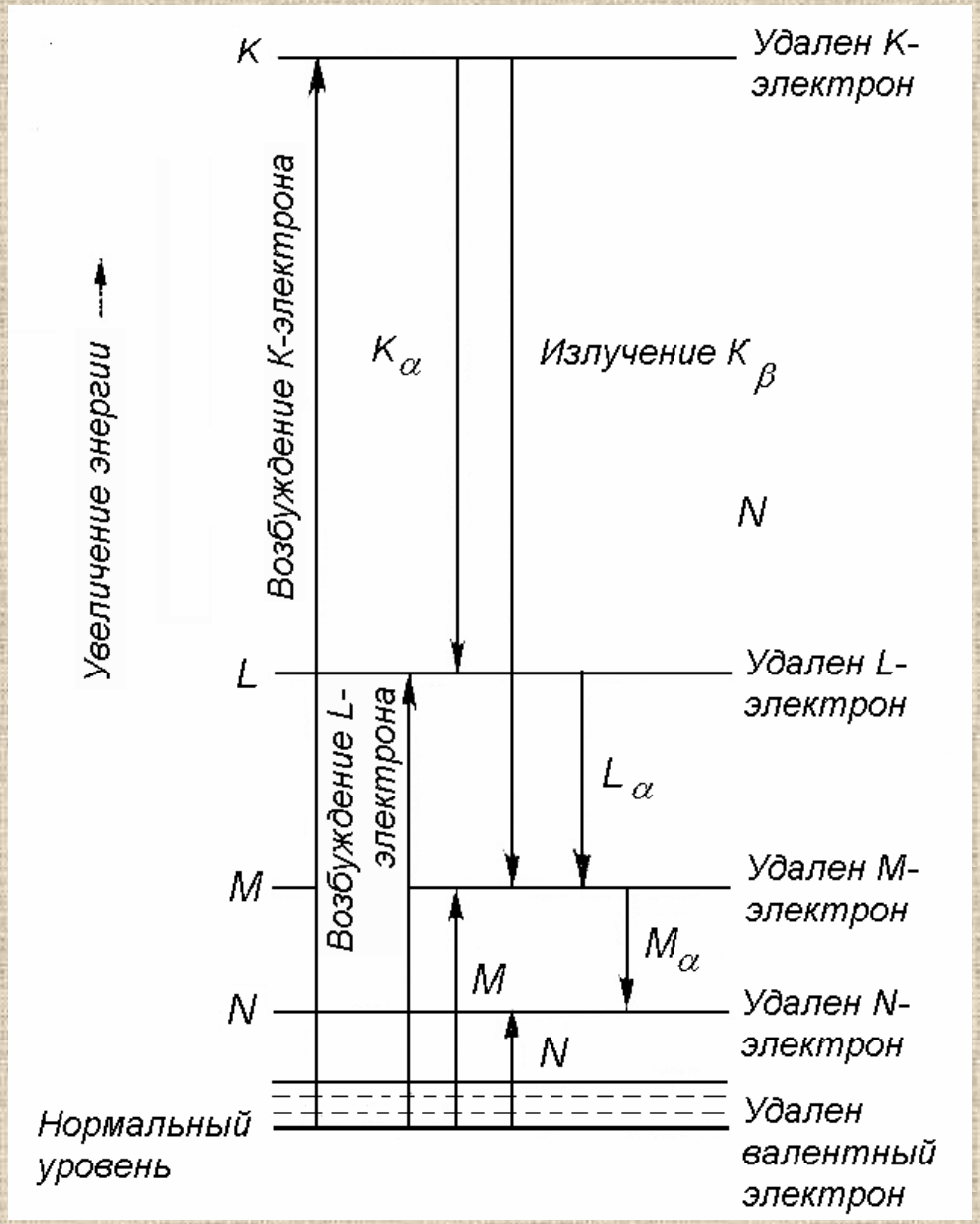
5. РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

Электронно-зондовый микроанализ (или рентгеноспектральный локальный анализ) стал применяться для изучения химического состава и строения мелких минеральных зёрен и редких минералов и минеральных микровключений. Этот метод основан на возбуждении в исследуемом образце характеристического и тормозного рентгеновского спектра с помощью тонкого электронного пучка и разложения полученного спектра по длинам волн с помощью рентгеновского спектрометра с целью идентификации химических элементов и определения их количественного содержания.

Чувствительность лежит в пределах 0,1–0,001 % в зависимости от определяемого химического элемента и условий анализа.

Первые макеты рентгеновского микроанализатора были созданы во Франции Р.Кастен и А.Гинье в 1949 году и в нашей стране – И.Б.Боровский и Н.П.Ильин.

Игорь Борисович Боровский родился 28 декабря 1909 г. в Санкт-Петербурге. В 1930 г. он окончил Ленинградский политехнический институт и получил специальность инженера-физика. В 1931 г. его пригласили на работу в минералогический музей им. М.В. Ломоносова на должность заведующего рентгеноспектральной лабораторей. В годы строительства нового здания МГУ (1950-1952 гг.) И.Б. Боровский был и.о. зав.кафедрой рентгеноструктурного анализа. С 1951 по 1979 гг. И.Б. Боровский работал в Институте металлургии им. А.А. Байкова (ИМЕТ) АН СССР также в качестве заведующего рентгеноспектральной лабораторией. С 1980 по 1985 гг. И.Б. Боровский работал в Институте физики твердого тела АН СССР. Он был председателем Научного Совета по рентгеновской и электронной спектроскопии АН СССР, а также членом Научного Совета по изучению состава и структуры тонких пленок. И. Б. Боровский скончался 31 марта 1985 года, ночью, дома, после обширного инсульта.

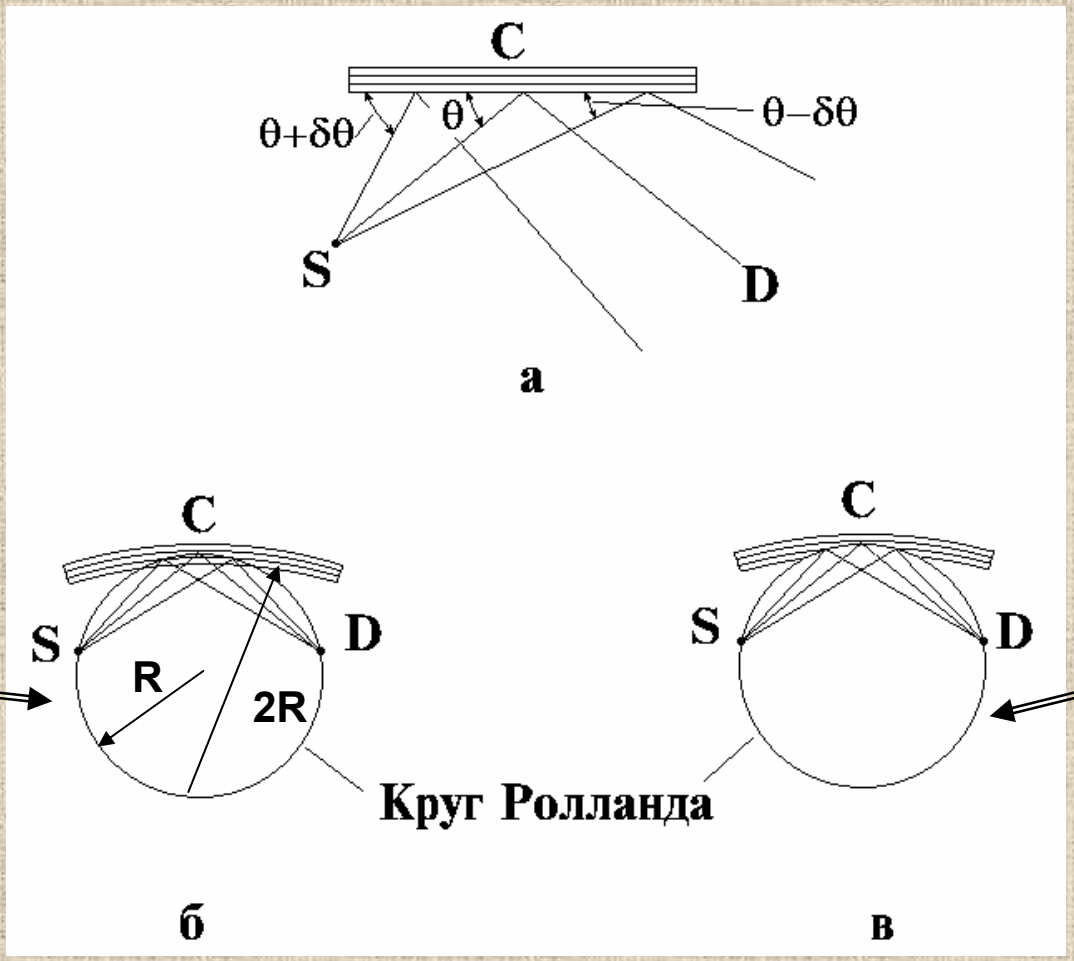


$$I_c \sim i_z \left(E_z - E_i \right)^{1.4}$$

Диаграмма энергетических уровней атома, иллюстрирующая возбуждение K; L, M- и N-оболочек и образование линий K_α, K_β ,L_α, M_α рентгеновского излучения (показано стрелками).

$$\lambda = \frac{B}{\left(Z - C \right)^2}$$

Закон Мозли



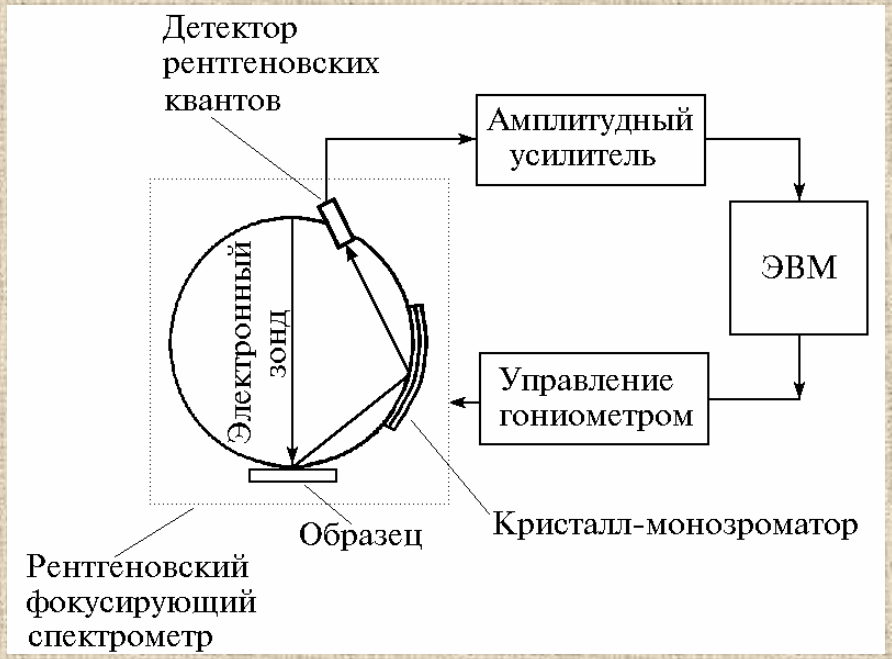
Фокусировка по Иоганну

Фокусировка по Иогансону

Три варианта схем рентгеновских спектрометров.
а)-спектрометр с плоским кристаллом; б)-спектрометр с частичной фокусировкой по Иоганну; в)-спектрометр с полной фокусировкой по Иогансону.

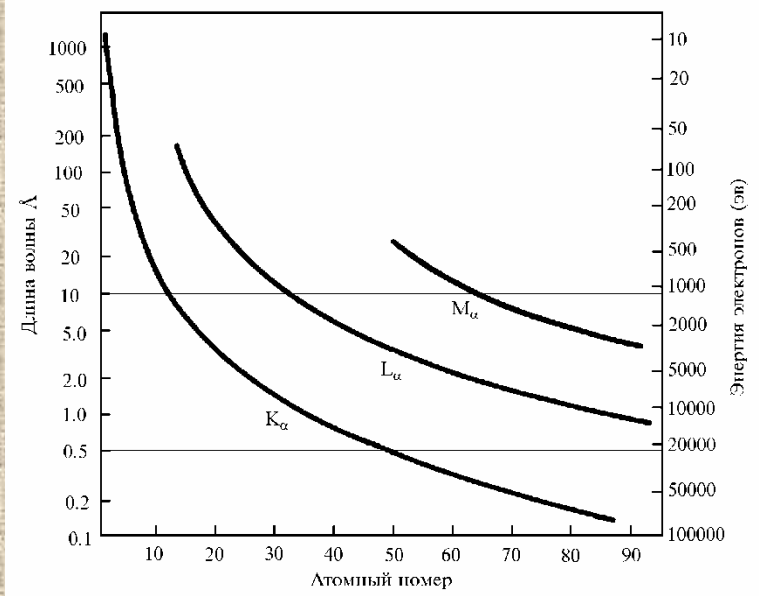
Для определения элементного состава образца рентгеновское излучение, генерируемое образцом-мишенью, разлагается в спектр по длинам волн при помощи какого-либо диспергирующего элемента. В электронно-зондовом микроанализе используются два способа измерения рентгеновского спектра - метод кристалл-дифракционного спектрометра и энерго-дисперсионный метод. Каждый из этих методов имеет и свои достоинства и свои недостатки

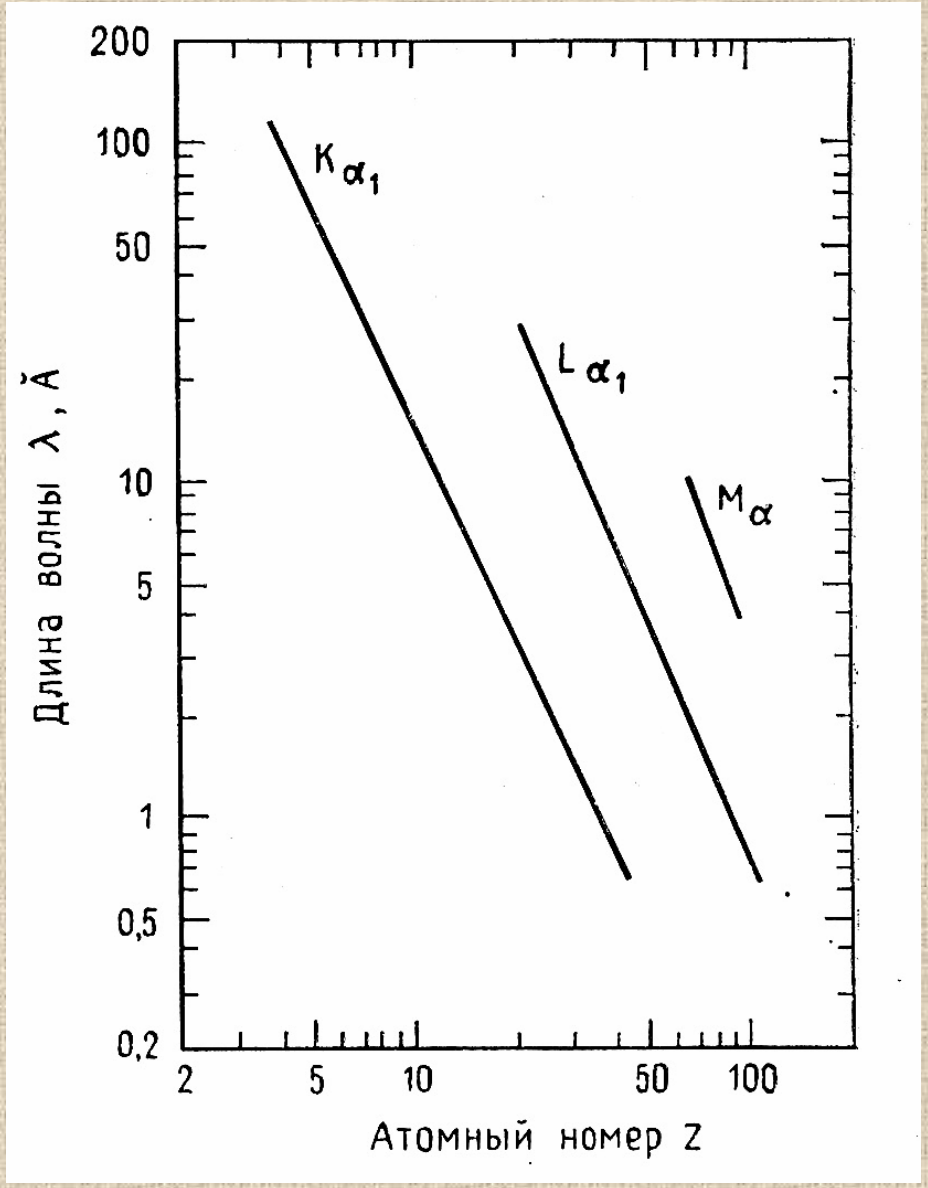
Метод кристалл-дифракционного спектрометра.



Блок-схема микро-анализатора с кристалл-дифракционным спектрометром.

$$\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$





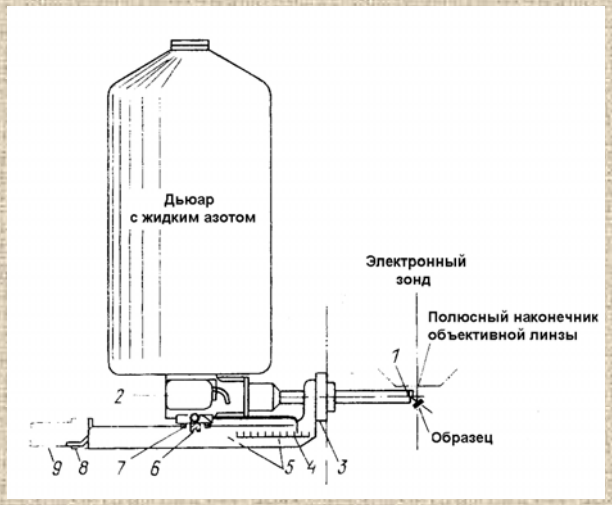
Зависимости длин волн серий K, L, M от атомного номера.

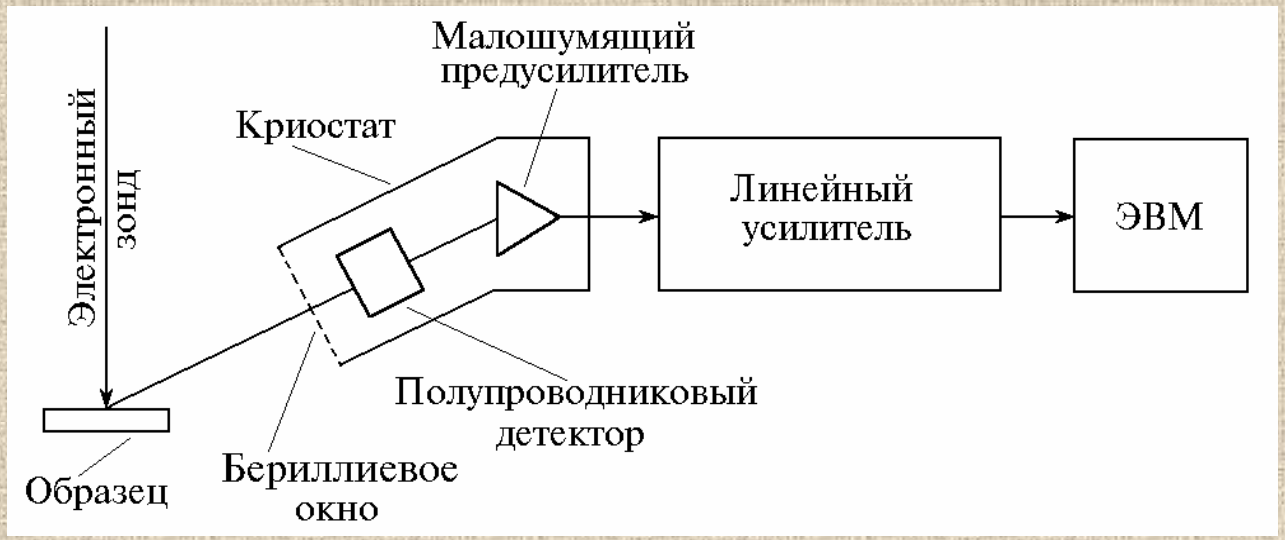
Сравнительные характеристики кристалл-монохроматорав

Кристаллы - монохроматоры	Межплоскостные расстояния d(Å)	Рабочая область длин волн (Å)
LiF	2.01	0.7-3.5
Кальцит	3.04	1.0-5.0
Кварц	4.23	1.5-5.0
Этилендиамин-d-тетрат (EDDT)	4.35	1.5-7.0
Пентаэритрит (RET)	4.39	1.5-7.0
Дигидрофосфат аммония (ADP)	5.3	2.0-9.0
Слюда	10.0	3.5-17.0
Гидрофталат калия (KAP)	13.3	5.0-25
Стеарат свинца	49.0	15.0-100

Энерго-дисперсионный метод регистрации спектра

С 70-ых годов в практику рентгеноспектрального микрозондового анализа начали входить энергодисперсионные полупроводниковые детекторы на основе *Si*, легированного *Li*. На базе таких детекторов в настоящее время созданы весьма совершенные энергодисперсионные системы, позволяющие анализировать спектры практически всех элементов.





Блок-схема энерго-дисперсионного рентгеновского спектрометра.

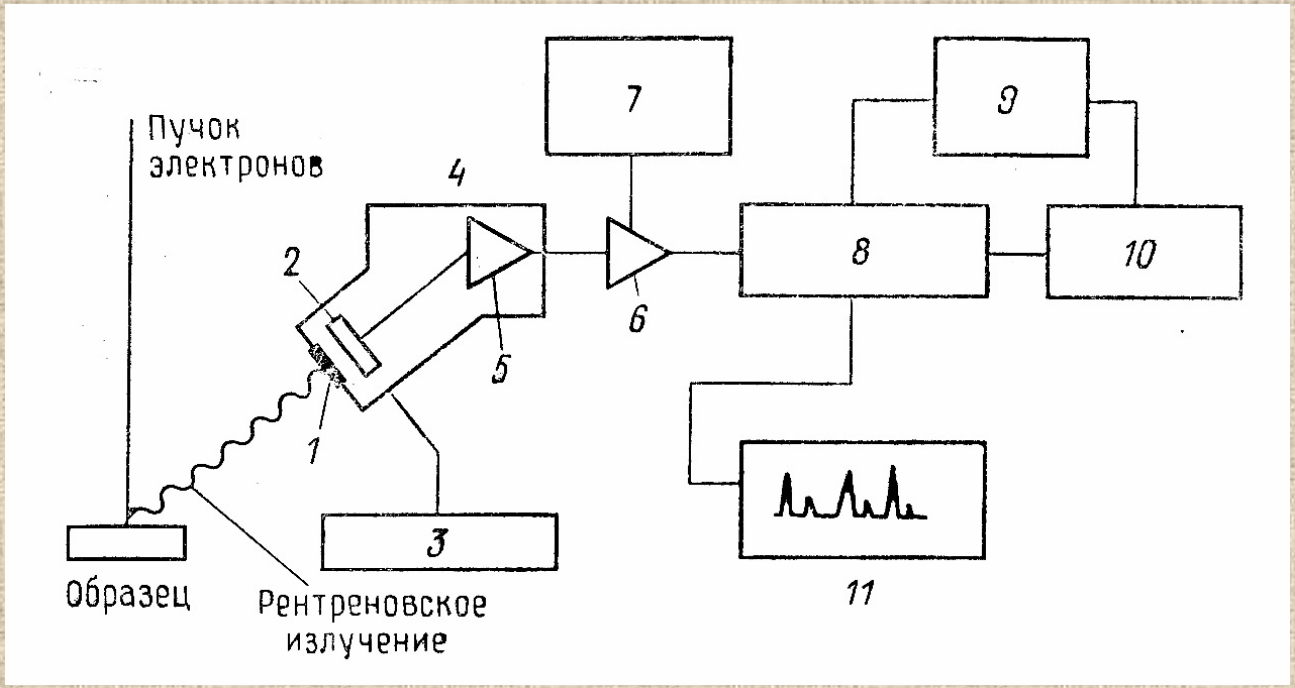


Схема спектрометра с дисперсией по энергии.

1 - бериллиевое окно;
2 - Si (Li)-детектор;
3 - источник смещения;
4 - криостат;
5 -предусилитель на полевом транзисторе;
6 - усилитель;
7 - схема подавления наложения импульсов;
8 - многоканальный анализатор;
9 - устройство вывода данных;
10 - мини-ЭВМ;
11 - устройство визуальной индикации.

Сравнительные характеристики кристалл-дифракционных и энергодисперсионных спектрометров

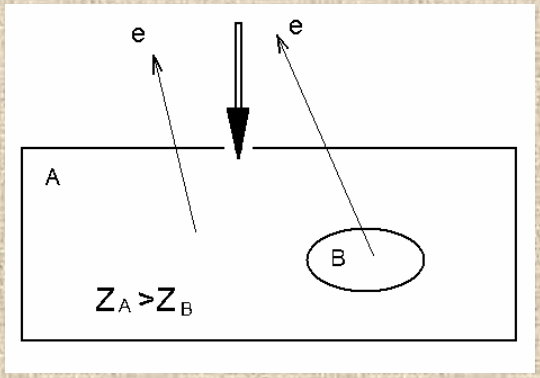
Основные параметры спектрометров	Кристалл-дифракционные спектрометры	Энерго-дисперсионные спектрометры
Энергетическое разрешение	<10эв	100-150эв
Эффективность детектора	<30%	95-100%
Требования к фокусировке	Жесткие	Отсутствуют
Скорость проведения анализа	Десятки минут-часы	Минуты

ПРИНЦИПЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

В основе количественного рентгеноспектрального микроанализа лежит предположение, высказанное Р.Кастеном о том, что интенсивность характеристического излучения I_A, испускаемого атомами элемента *A*, пропорциональна концентрации C_A этого элемента в образце. Если использовать эталон из чистого элемента *A*, можно записать

$$C_A = \frac{I_A}{I_A^{\,E}}$$

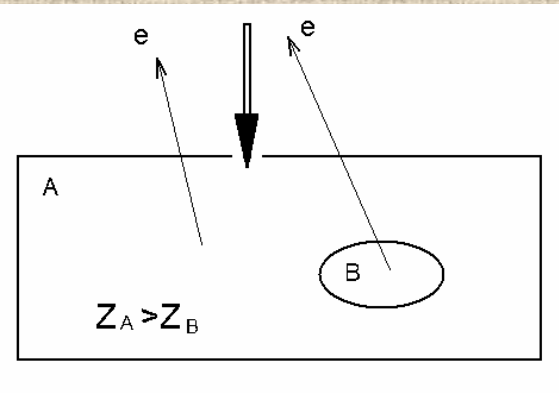
Реальная ситуация осложняется целым рядом факторов. Во-первых, образцы, как правило, содержат существенно больше двух компонентов. Во-вторых, при взаимодействии электронов зонда и возникающего рентгеновского излучения с веществом образца-мишени возникают многочисленные процессы, приводящие к искажению измеряемых концентраций элементов, содержащихся в образце.



Влияние атомного номера определяется двумя конкурирующими факторами: отражением и торможением электронов зонда. Допустим, что образец состоит из матрицы с атомным номером Z_A и примеси с атомным номером Z_B.

Если принять, что $Z_A > Z_B$, то при измерении концентрации примеси, состоящей из атомов *B* сорта, она, с одной стороны, должна занижаться за счёт того, что количество отраженных назад электронов для более тяжелого элемента *A* больше, чем элемента *B*, т.к. $Z_A > Z_B$. Поэтому более тяжелые атомы матрицы как бы экранируют атомы примеси.

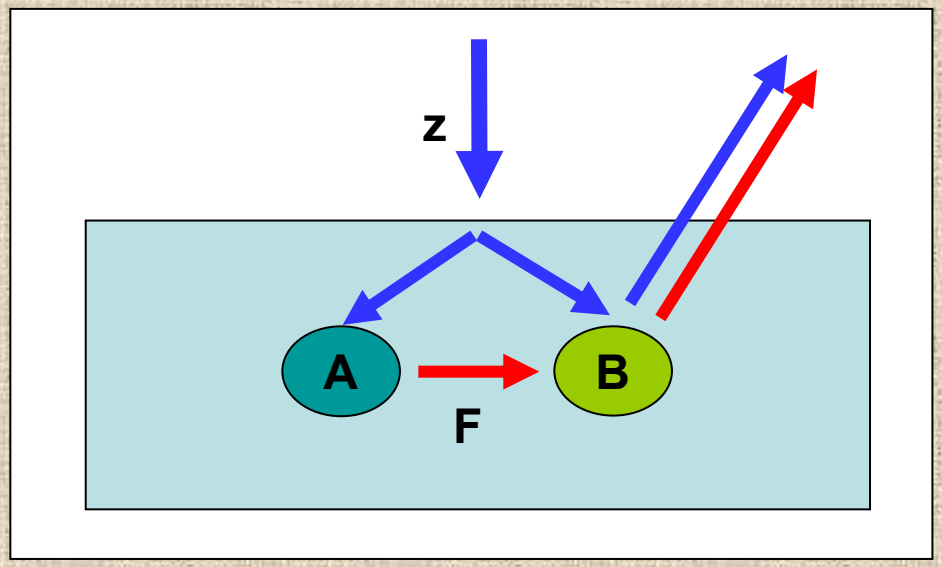
С другой стороны, потери энергии электронами зонда, т.е. тормозная способность вещества должна расти с ростом атомного номера и, следовательно, интенсивность характеристической линии рентгеновского спектра легкого элемента в тяжелой матрице должна быть больше, чем для более легкой матрицы. Следует подчеркнуть, что второй процесс будет превалировать над первым. Поэтому измеряемая концентрация элемента *B* в матрице *A* будет завышена по сравнению с реальным содержанием. Для учета этого факта необходимо вводить поправку в виде множителя k_z в формулу на атомный номер.



$$\mu_A > \mu_B$$

Фактор поглощения рентгеновских лучей в материале образца будет также влиять на интенсивность характеристической линии, регистрируемой детектором, и, следовательно, на определяемую концентрацию элемента. Рассмотрим такой пример: пусть образец состоит из матрицы атомов *A* и примеси атомов *B*, причем атомный вес *A*>*B*. Тогда характеристическое рентгеновское излучение, испущенное атомами элемента *B* внутри объёма матрицы, будет поглощаться сильнее, чем в матрице из более лёгких атомов. Поэтому измеряемая концентрация элемента *B* в образце будет занижена по сравнению с реальным составом. Учет этого фактора обычно осуществляется введением поправки на поглощение в виде множителя k_A в формулу (5.28) для концентрации.

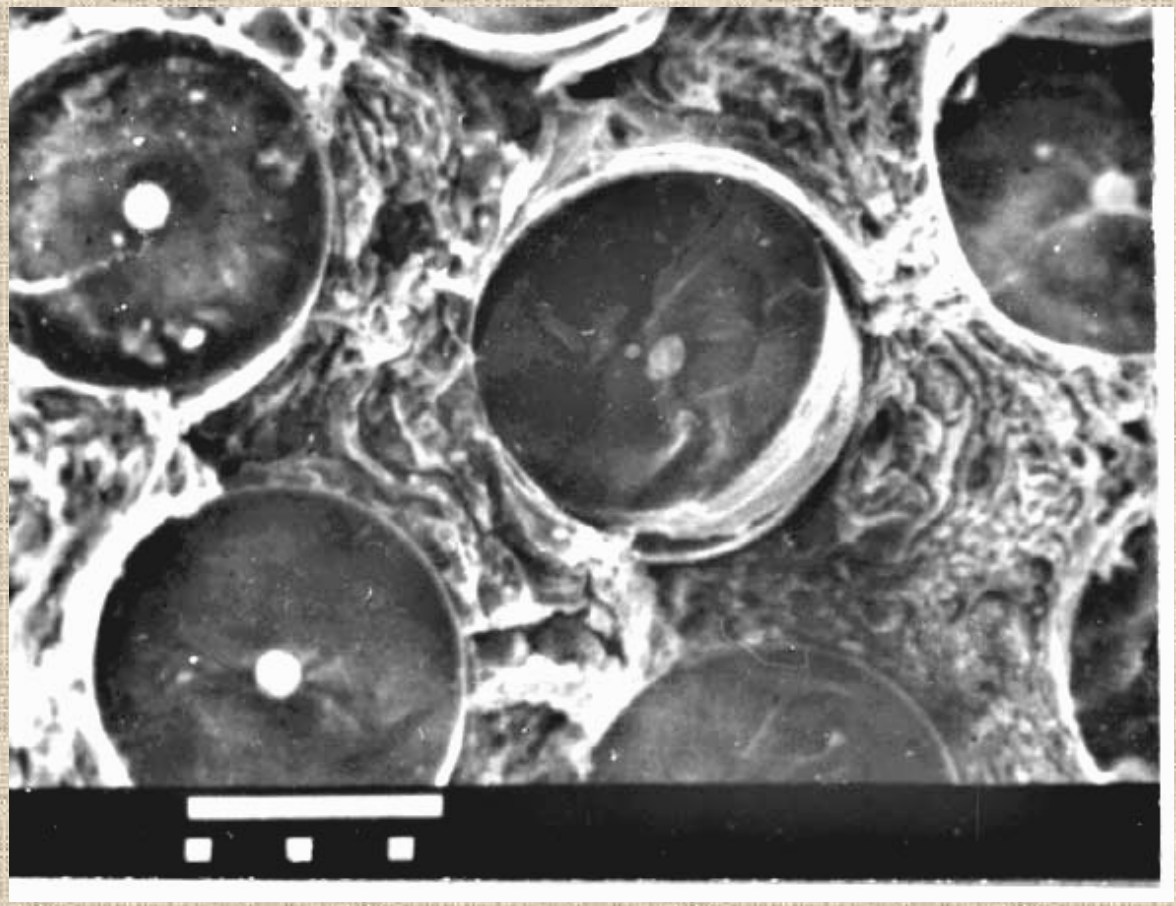
Фактор флуоресценции. Если образец содержит атомы двух сортов *A* и *B*, характеристическое рентгеновское излучение, генерируемое, например, атомами *A*-сорта, может при определенных условиях вызывать флуоресценцию атомов *B*-сорта. Таким образом полное рентгеновское излучение атомов *B*-сорта будет состоять из двух частей - квантов, возбужденных электронами зонда и квантов, возникших в результате флуоресценции. Этот факт будет приводить к завышению измеряемой концентрации атомов *B*-сорта и соответствующему уменьшению измеряемой концентрации атомов *A*-сорта. В литературе это явление получило название фактора усиления флуоресценции или сенсибилизированной флуоресценции.



$$C_A = k_Z \cdot k_A \cdot k_F \cdot \frac{I_A^{\,S}}{I_A^{\,E}}$$

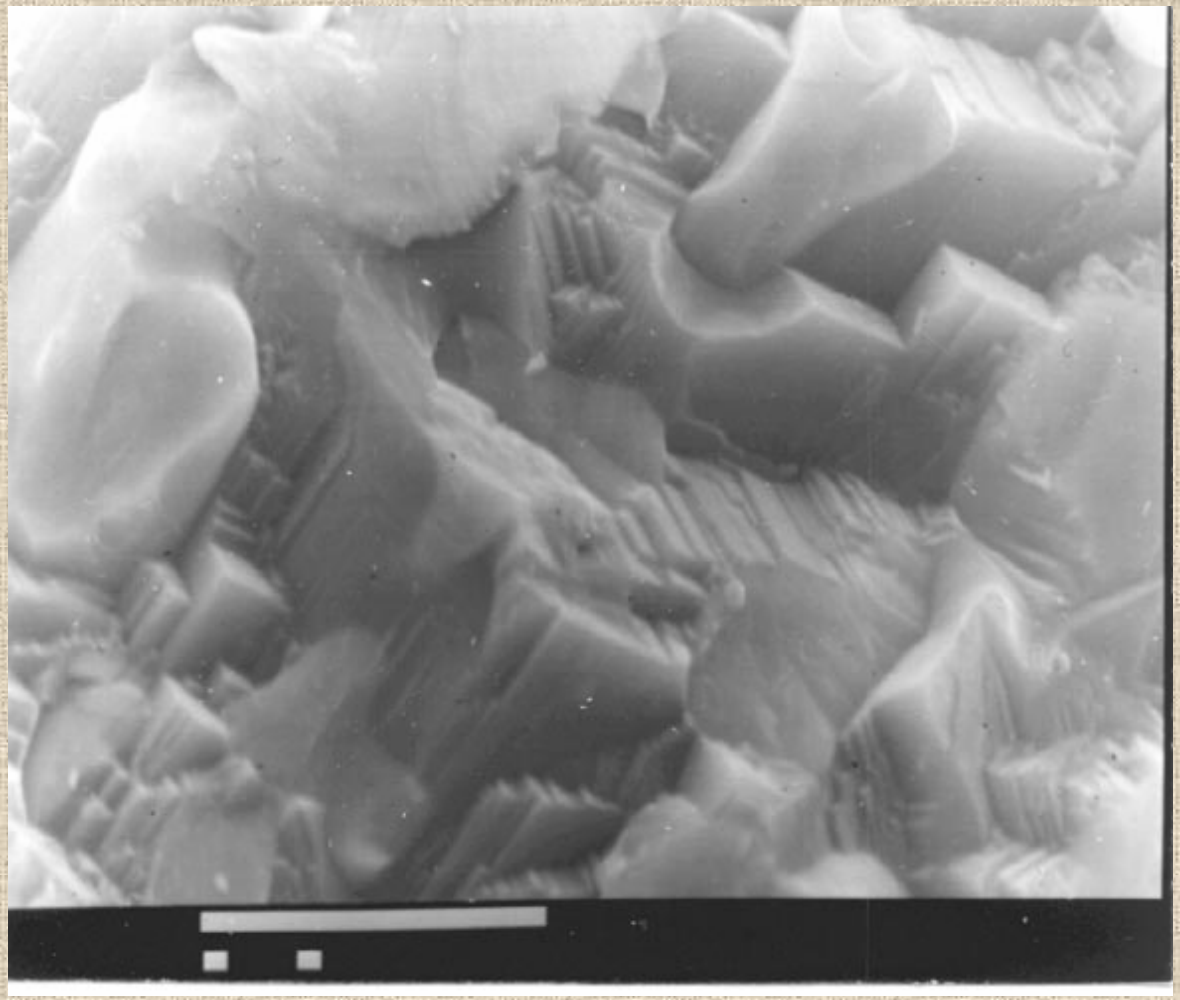
Рентгеновский микроанализ позволяет определять атомный состав материалов практически во всем интервале концентраций с точностью около *2%*. Чувствительность анализа неоднородна по всему спектру элементов таблицы Менделеева и сильно зависит от атомного номера. Так для легких элементов, например, для *Be* (*Z=4*), предельное обнаруживаемое количество элемента составляет более *10%*. С ростом атомного номера точность анализа растет и при благоприятных условиях может достигать *0.1-0.01%* для *Re* (*Z=75*)

Некоторые примеры использования растровой электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа



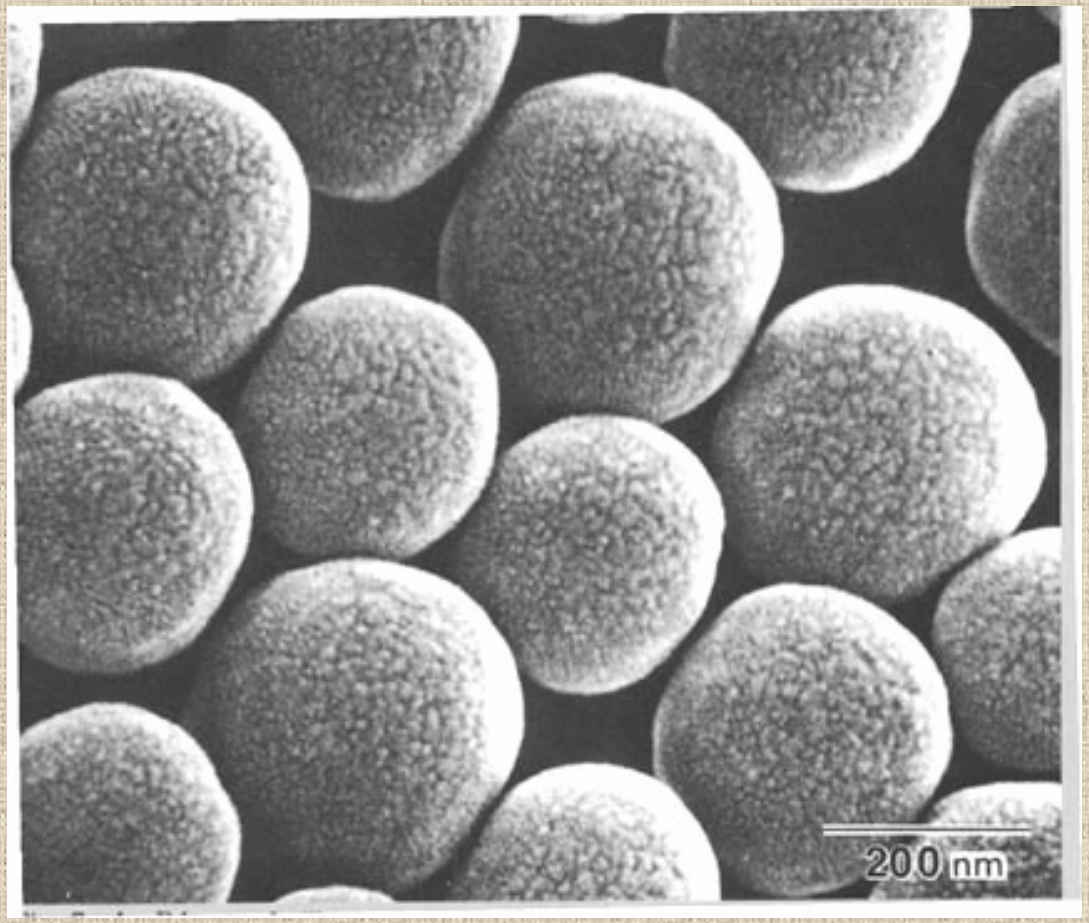
Структура излома поверхности композиционного материала на основе B-Al сплавов.

На снимке хорошо видны волокна *B* осажденного на тонкие нити *W* и структура матрицы сплава *B-Al*. Волокно имеет достаточно сложную структуру - в центре расположена тонкая нить из чистого *W*, по периферии располагаются бориды вольфрама и по-видимому на самой поверхности имеется слой чистого *B*. Из снимка видно, что материал матрицы плотно обволакивает нити боридов вольфрама.



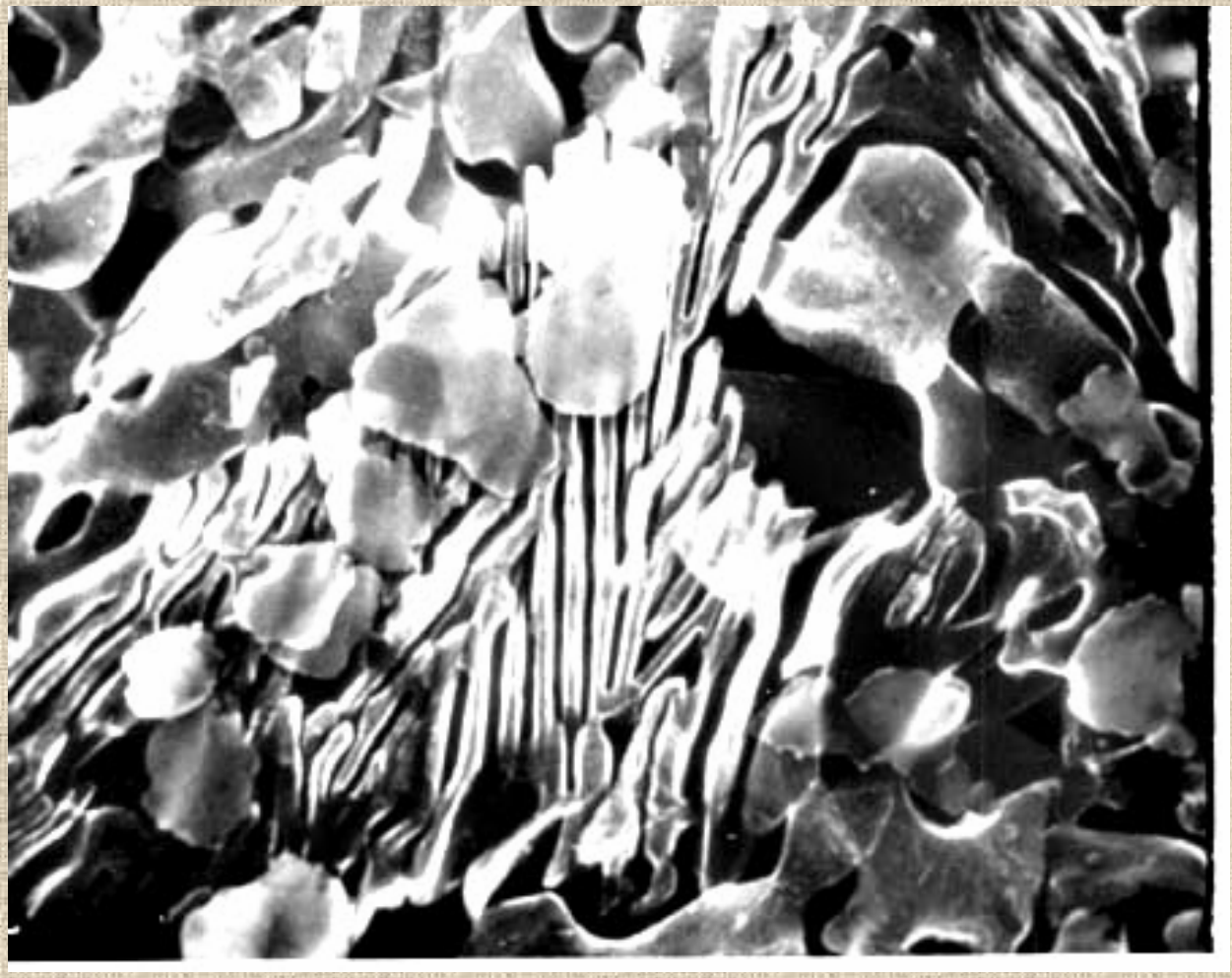
Характерная структура поверхности излома. Монокристалл сапфира.

За счет большой глубины резкости снимок производит объемное впечатление и позволяет судить о размерах неровностей на поверхности.

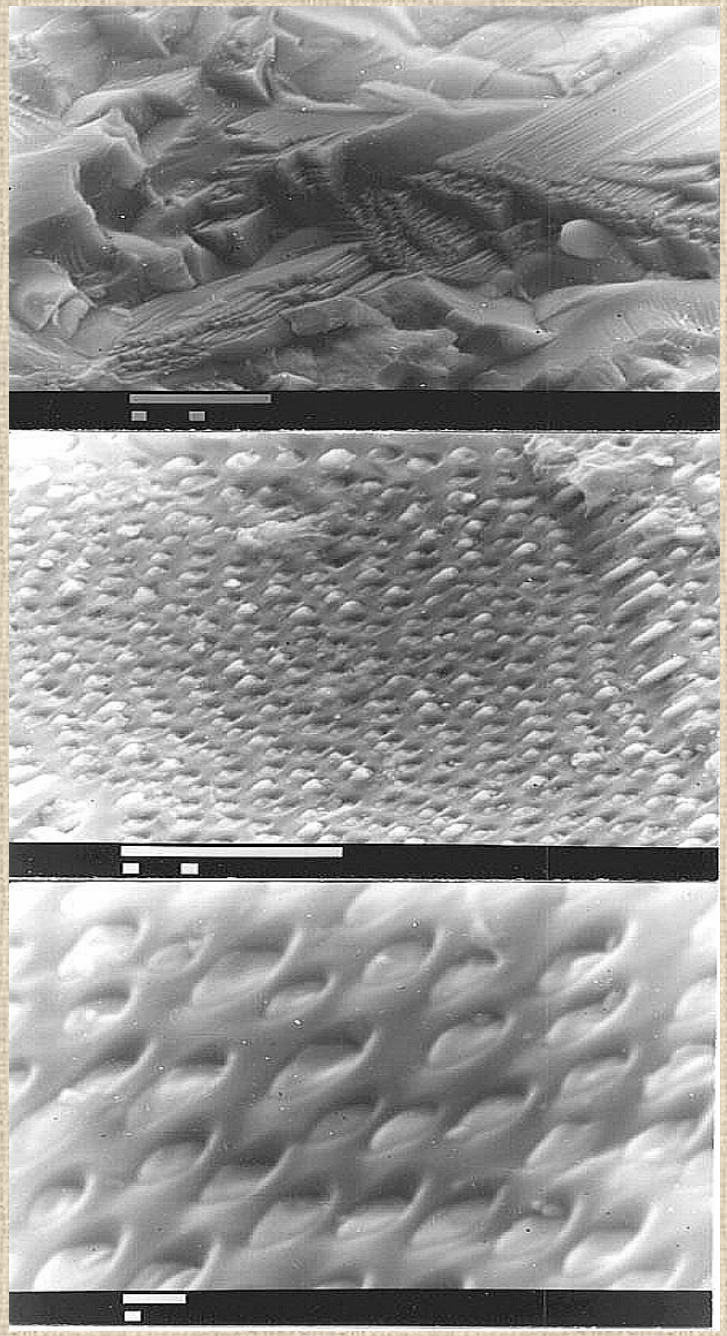


Сферические частицы кварца покрытые по специальной технологии сплавом Au-Pd. Увеличение 100.000

Для иллюстрации объемности контраста связанной с большой глубиной резкости растрового микроскопа показано изображение кварцевых сфер покрытых по специальной технологии оболочкой сплава *Au-Pd*. Изображение получено во вторичных электронах. Кварцевые сферы имеют размер около *200nm*. На поверхности сфер хорошо видны частички *Au-Pd* осевшие на поверхности сфер в результате конденсации.

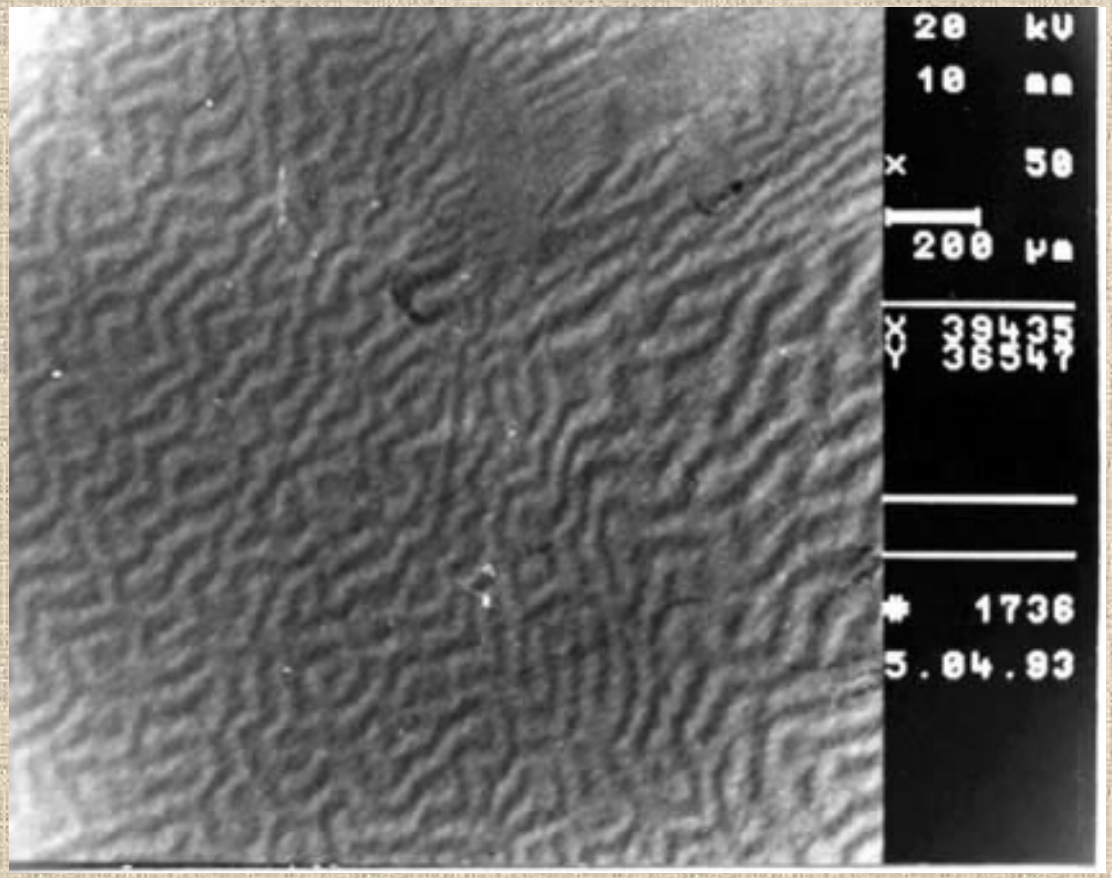


SEM изображение поверхности эвтектоидного сплава 22%Al-Zn после 920 часов отжига. Наблюдаются чередующиеся пласты из фаз разделенных когерентными границами

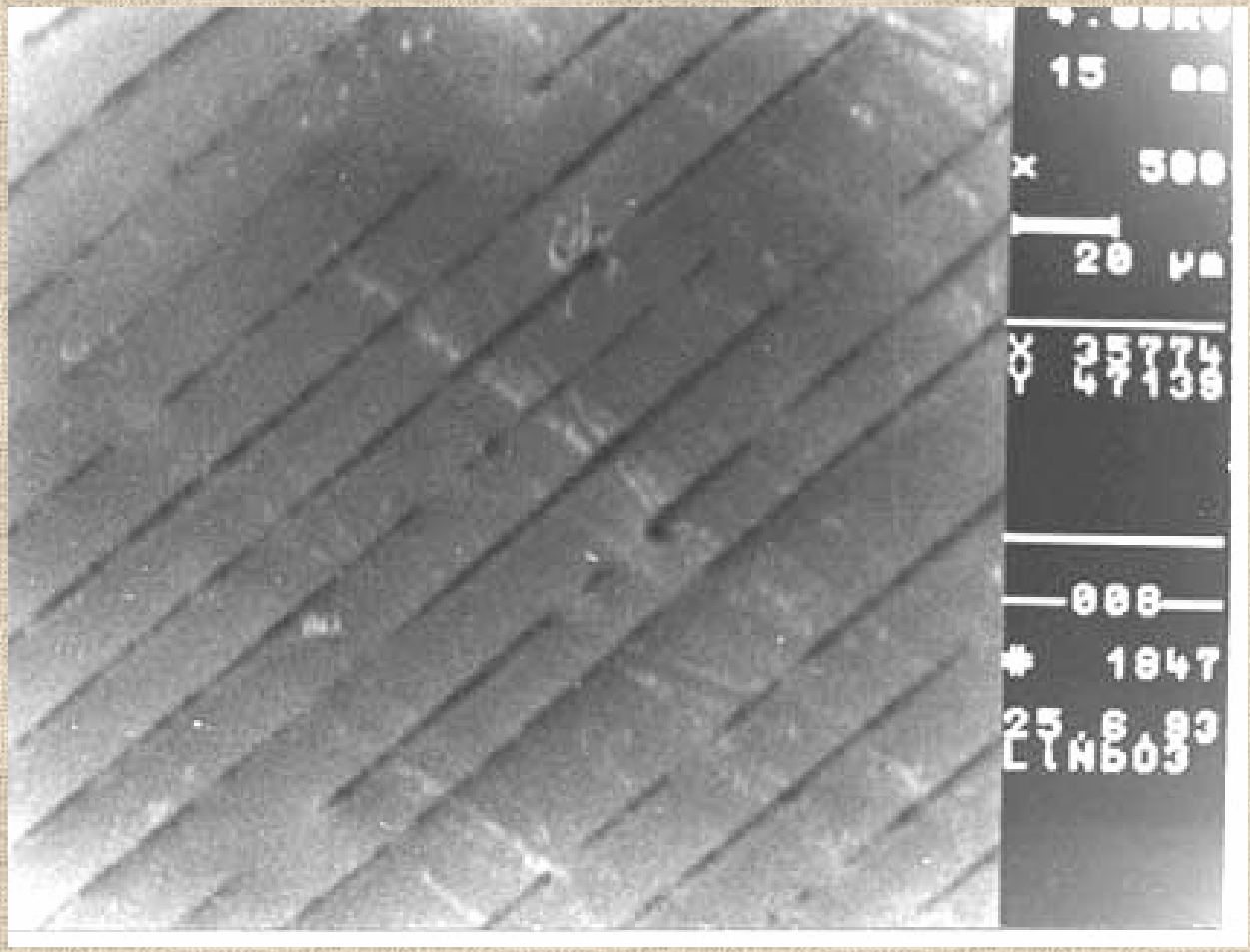


Фрагменты РЭМ изображений поверхностей излома эвтектического композита на основе Al_2O_3-$ZrO_2(Y_2O_3)$.

Было установлено, что структура состоит из двух фаз - матрицы, представляющей собой альфа-оксид алюминия и тонких ламелей кубической двуокиси циркония, стабилизированной окисью иттрия. Было установлено, что при определенных условиях роста образуется регулярная волокнистая структура ZrO_2, причем диаметр волокон не превышает $1\text{-}2\mu m$. На рис. приведены три фрагмента излома эвтектических композиций на основе Al_2O_3-$ZrO_2(Y_2O_3)$. На снимках хорошо видна структура колоний стержней ZrO_2 и их расположение в матрице.

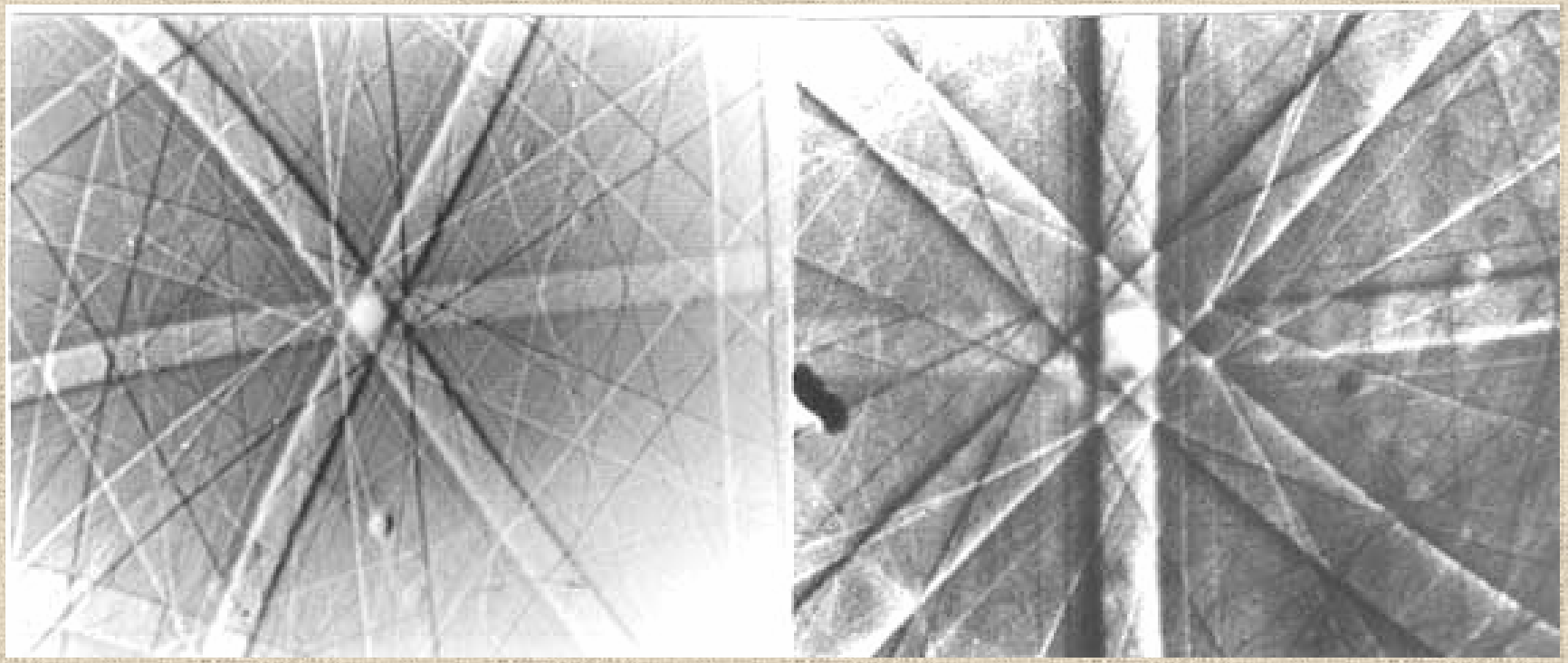


Лабиринтная магнитная доменная структура на поверхности никеля. Ускоряющее напряжение 20kV. Это магнитный контраст второго рода получен во вторичных электронах.

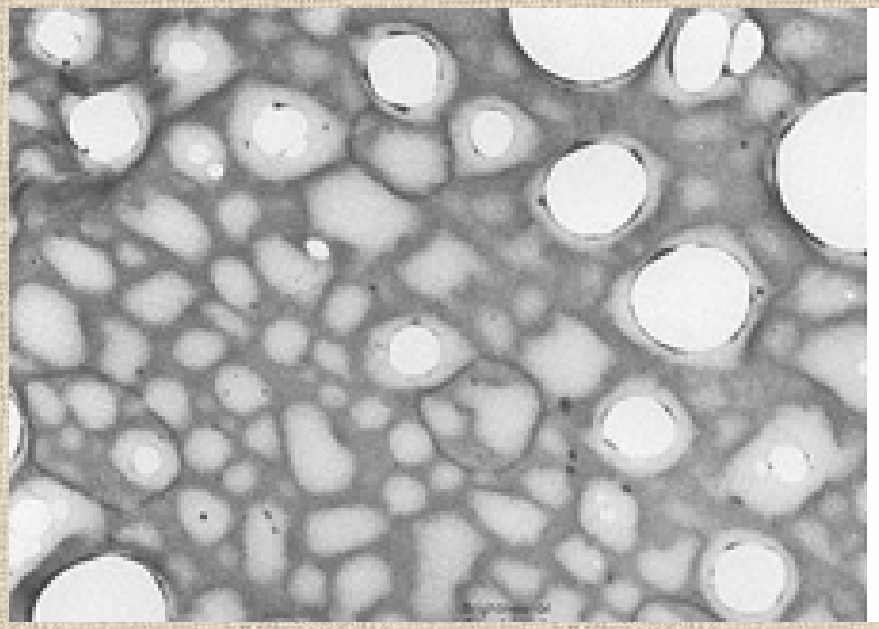


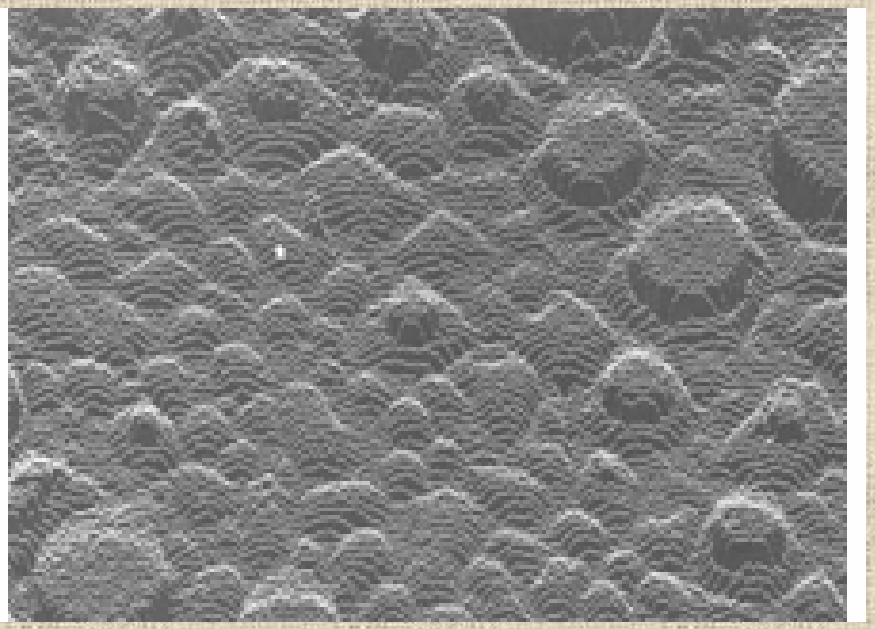
SEM изображение поверхности слоистого монокристалла LiNiO3.

Слои образованы чередованием 180-градусных электрических доменов с противоположными знаками вектора поляризации. Структура получена в процессе роста по специальной технологии. На границах слоев наблюдаются тонкие прослойки примеси. Подобные структуры используются для изготовления оптических частотных преобразователей.



Картины каналирования полученные с поверхности (111) - а) и (100) - б) монокристалла кремния.
На фотографиях хорошо видна симметрия среза. Картины каналирования позволяют быстро и надежно определять кристаллографическую ориентацию исследуемой поверхности.

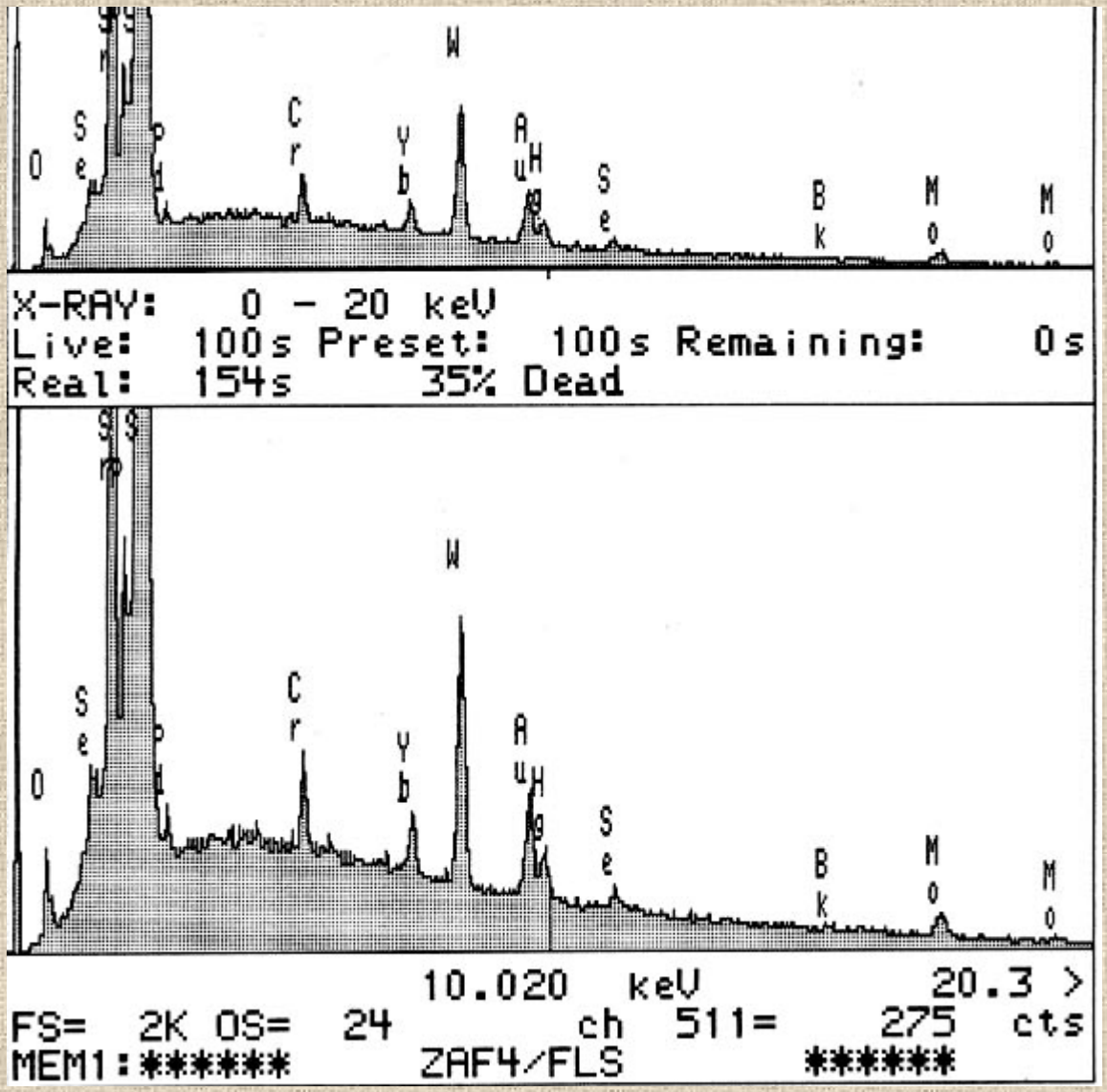


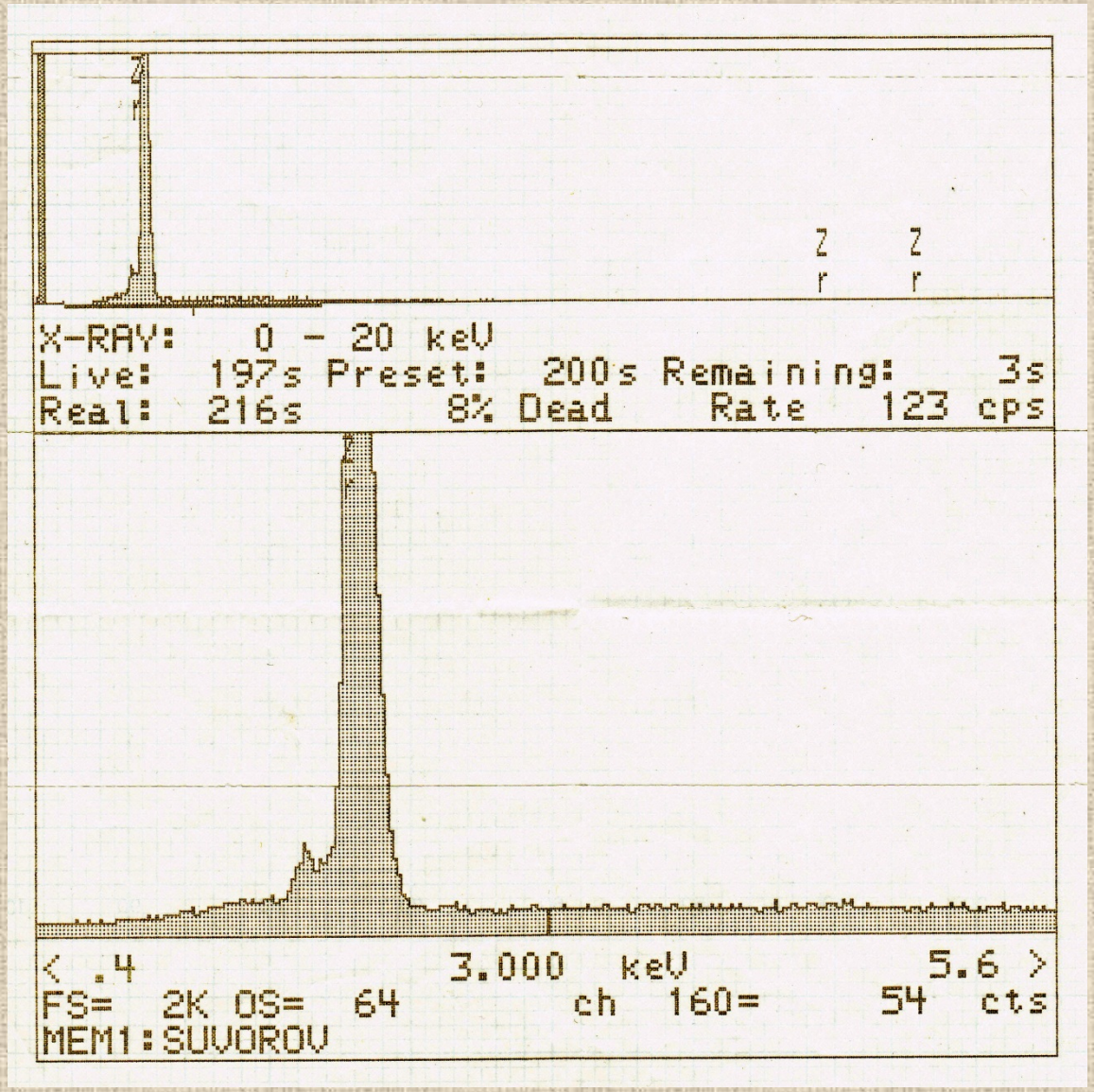


SEM изображение перфорированной углеродной пленки -а); тот же объект - в режиме Y-модуляции -б)
Как видно из снимка изображение полученное в режиме *Y-модуляции* является псевдо-трехмерным и в некоторых случаях позволяет представить исследуемый объект более рельефно и понять его устройство.

Динамика изменений пространственного распределения d/δT в пленке $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при понижении температуры (длина метки 100m) а)-изображение пленки во вторичных электронах; б)-, в)-контраст поглощенного тока, T=90.3K; в)-T=89.7K

Методика основана на сильной зависимости удельного сопротивления сверхпроводника от температуры в области перехода в сверхпроводящее состояние. Модулированный по интенсивности с частотой электронный пучок зонда служит одновременно и для локального нагрева образца. Размер нагреваемой пучком области и прирост температуры определяется теплопроводностью пленки. Предположим, что пучок сфокусирован на области с локальной зависимостью проводимости от температуры *(T)* и вызывает нагрев на δT. Тогда сигнал поглощенного тока будет пропорционален $d/\delta T$ и на экране монитора будет представлено распределение $d/\delta T$ по поверхности пленки. Если исходная температура пленки *T* была близка к температуре перехода, то изменяя частоту модуляции электронного зонда (т.е. степень нагрева) можно наблюдать пространственное распределение и динамику перехода различных участков пленки в сверхпроводящее состояние.


W
O
Se
Cr
Yb
Au
Hg
Se
Bk
Mo
Mo
X-RAY: 0 - 20 keV
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 154s 35% Dead
W
O
Se
Cr
Yb
Au
Hg
Se
Bk
Mo
Mo
10.020 keV 20.3 >
FS= 2K OS= 24 ch 511= 275 cts
MEM1:****** ZAF4/FLS ******


Zr
Zr Zr
X-RAY: 0 - 20 keV
Live: 197s Preset: 200s Remaining: 3s
Real: 216s 8% Dead Rate 123 cps
< .4 3.000 keV 5.6 >
FS= 2K OS= 64 ch 160= 54 cts
MEM1:SUVOROV

1. M.Knoll Static Potential and SecondaryEmission of Bodies Under Electron Irradiation
Z.Tech.Physik,16,467-475,1935
2. M.Ardenne Z.Physik,109,553,1938
3. M.Ardenne Z.Physik,109,407,1938
4. V.K.Zworykin, J.Hiller, R.L.Snyder A Scanning Electron Microscope In ASTM bull.,117,15-23,1942
5. J.I.Goldstein, D.E.Newbury, P.Echlin, D.C.Joy, C.Fiori, E.Lifshin Scanning ElectronMicroscopy and X-ray Microanalysis
New York: Plenum Press,1981
6. Дж.Голдстейн, Х.Яковиц Практическая растровая электронная микроскопия, Мир,1978, 656
7. I.M.Watt The Principles and Practice of Electron Microscopy
Cambridge University Press,Cambridge,1985
8. Tools and Techniques in Physical Metallurgy Edited by F.Weinberg
New York,1970,v.1,2

9. C.E.Hall Introduction to Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1966)
10. J.W.S.Hearle, J.T.Sparrow, P.M.Cross The Use of the Scanning Electron Microscope,
Oxford: Pergamon Press, (1972)
11. O.C.Wells, A.Boydde, E.Lifshin, A.Rezanowich Scanning Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1974)
12. Electron Beam Testing Technology Editing by T.L.Thong,
New York: Plenum Press, (1993)
13. Г.В.Спивак, Э.И.Рау, М.Н.Филлипов, А.Ю.Сасов Пути повышения разрешения и контраста в сканирующей электронной микроскопии,
В книге: "Современная электронная микроскопия в исследовании вещества"
Москва: Наука,1982
14. R.Castaing "Application des Sondes Electroniques a Une Methode D'analyse Ponctuelle Chimique at Crystallgraphique"
University of Paris, Unpublished Ph.D.thesis, (1951)

14. R.Castaing, G.Slodzian Microanalyse Par Emission Secondaire J.Micros.,Paris,(1962),1,395-410
15. L.S.Birks Electron Probe Microanalysis,
New York: Wiley-Interscience, (1971)
16. C.A.Andersen Microprobe Analysis,
New York: Willey-Interscience, (1973)
17. M.Locquin, MLangeon Handbook of Microscopy,
London: Butterworths & Co Ltd,1983

Длина волны Kα-серии меди Kα=1,540Å. Определить длину волны Kα-серии молибдена, если z - Cu=29, z - Mo=42.

Закон Мозли

$$\lambda = \frac{B}{(z-\sigma)^2}$$

Для K_α $\sigma \approx 1$

$$\frac{\lambda_{MoK\alpha}}{\lambda_{CuK\alpha}} \approx \frac{(z_{CuK\alpha}-1)^2}{(z_{MoK\alpha}-1)^2} \qquad \lambda_{MoK\alpha} \approx \lambda_{CuK\alpha} \cdot \frac{(z_{CuK\alpha}-1)^2}{(z_{MoK\alpha}-1)^2}$$

$$\lambda_{MoK\alpha} \approx 1,540 \cdot \frac{(29-1)^2}{(42-1)^2} = 0,71\,\text{Å}$$

ОСНОВЫ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

- МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ СТУПЕНЕЙ ВАКУУМА
- МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ВАКУУМА
- ОСНОВНЫЕ ЭЛЕМНТЫ КОНСТРУКЦИЙ ВАКУУМНЫХ СИСТЕМ
- МАТЕРИАЛЫ ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКЕ
- ОСНОВЫ ВАКУУМНОЙ ГИГИЕНЫ

Единицы измерения давлений

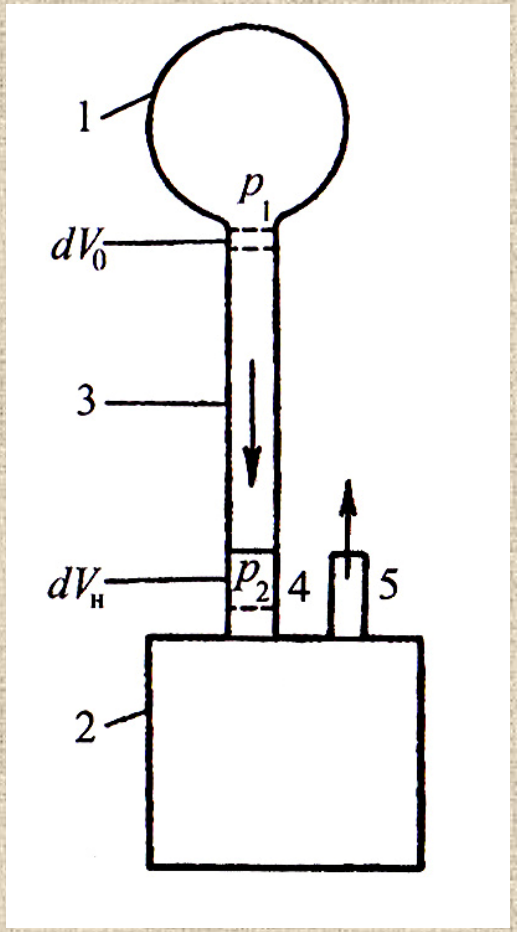
Единица давления	Н/м² (Па)	дин/см² = = мкбар	бар	атм	мм рт. ст.	мкм рт. ст.
Н/м² (Па)	1	10	10^{-5}	$0{,}987 \times 10^{-5}$	750×10^{-5}	750×10^{-2}
мкбар	10^{-1}	1	10^{-6}	$0{,}987 \times 10^{-6}$	750×10^{-6}	750×10^{-3}
бар	10^{5}	10^{6}	1	0,987	750	750×10^{3}
атм	$1{,}013 \times 10^{5}$	$1{,}013 \times 10^{6}$	1,013	1	760	760×10^{3}
мм рт. ст.	133,3	1333	$1{,}333 \times 10^{-3}$	$1{,}316 \times 10^{-3}$	1	10^{3}
мкм рт. ст.	$1{,}333 \times 10^{-1}$	1,333	$1{,}333 \times 10^{-6}$	$1{,}316 \times 10^{-6}$	10^{-3}	1

Н – Ньютон – единица измерения силы (1 Н = 1 кг·м/с^2).
Па – Паскаль – единица измерения давления
1 паскаль (Па) = 1 Н/м^2 = 1 Дж/м^3 = 1 кг/(м·(с^2))

МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ СТЕПЕНЕЙ ВАКУУМА

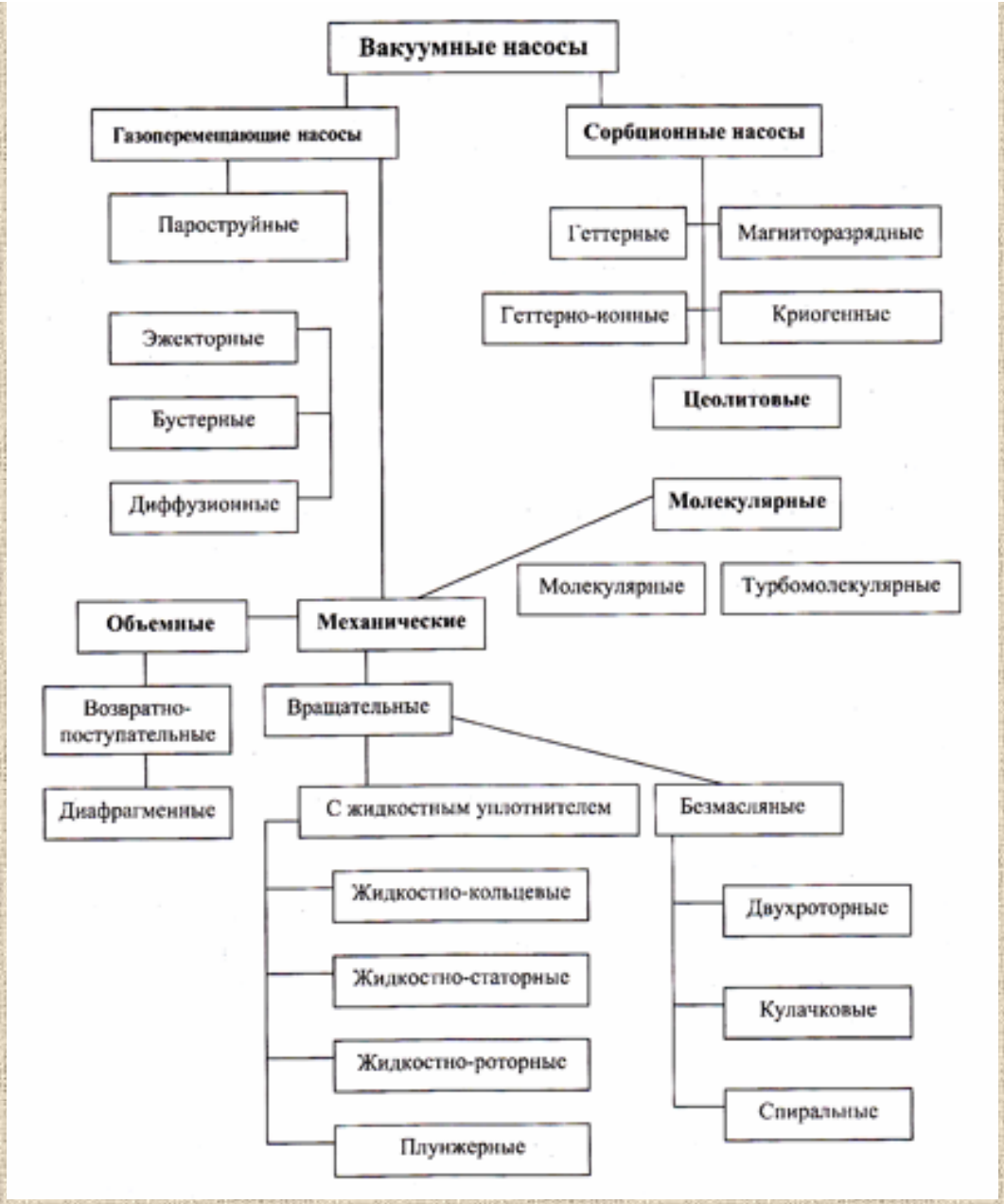
Условное деление областей вакуума (ступени вакуума)

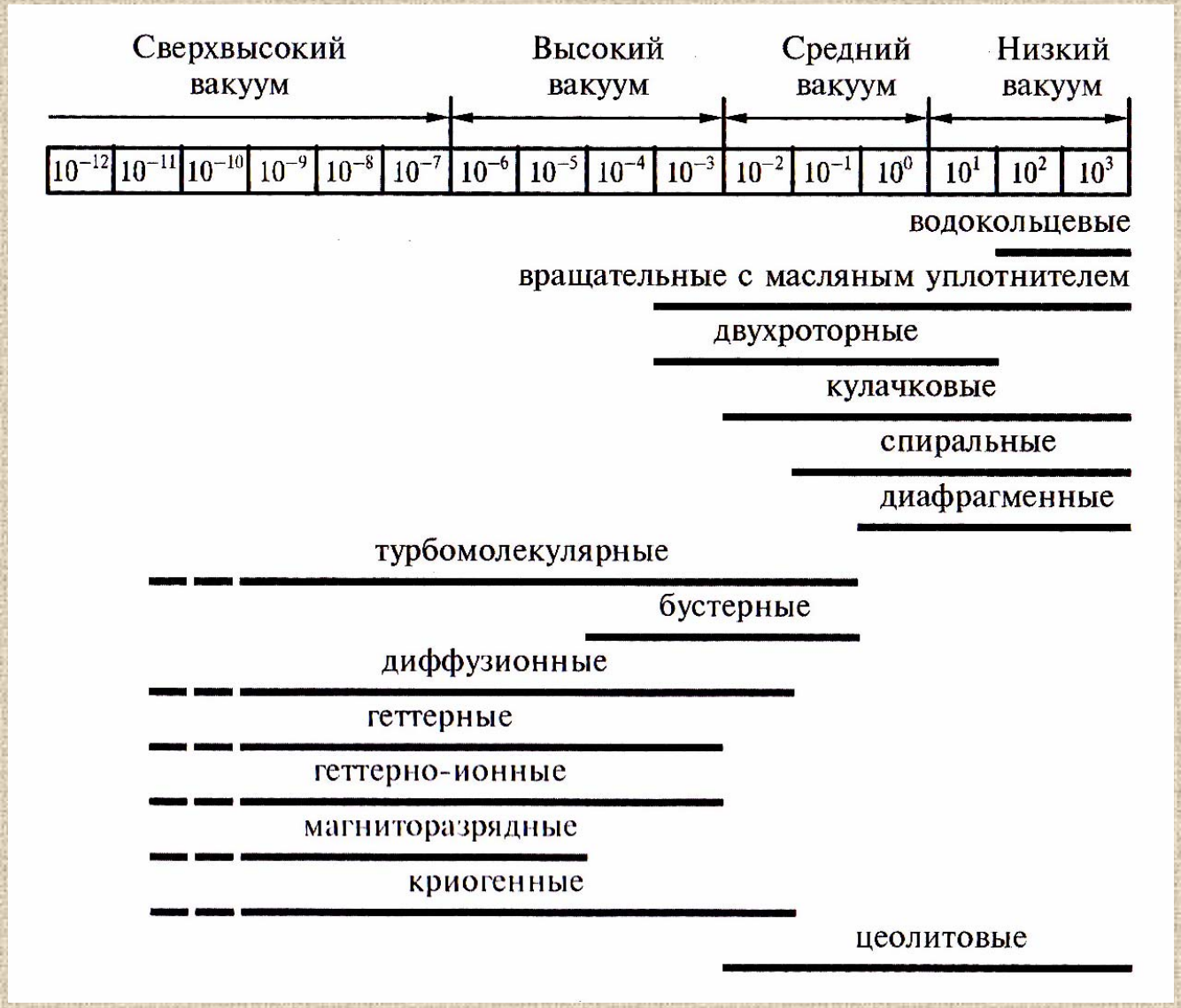
Давление воздуха, мм рт. ст.	Средняя длина свободного пути молекулы воздуха при 20 °C	
760	$6{,}21 \cdot 10^{-8}$ м	~ 0,06 мк
1	$4{,}72 \cdot 10^{-5}$ м	~ 47 мк
10^{-1}	$4{,}72 \cdot 10^{-4}$ м	472 мк ~ 0,5 мм
10^{-2}	$4{,}72 \cdot 10^{-3}$ м	4,7 мм
10^{-3}	$4{,}72 \cdot 10^{-2}$ м	47 мм
10^{-4}	$4{,}72 \cdot 10^{-1}$ м	472 мм ~ 0,5 м
10^{-5}	4,72 м	4,7 м
10^{-6}	$4{,}72 \cdot 10$ м	47 м
10^{-7}	$4{,}72 \cdot 10^{2}$ м	472 м ~ 0,5 км
10^{-8}	$4{,}72 \cdot 10^{3}$ м	4,7 км
10^{-9}	$4{,}72 \cdot 10^{4}$ м	47 км



Простейшая схема вакуумной системы. 1-откачиваемый объем; 2-насос; 3-трубка (вакуумопровод); 4-впускной патрубок насоса; 5-выпускной патрубок насоса; стрелка указывает направление течения газа.

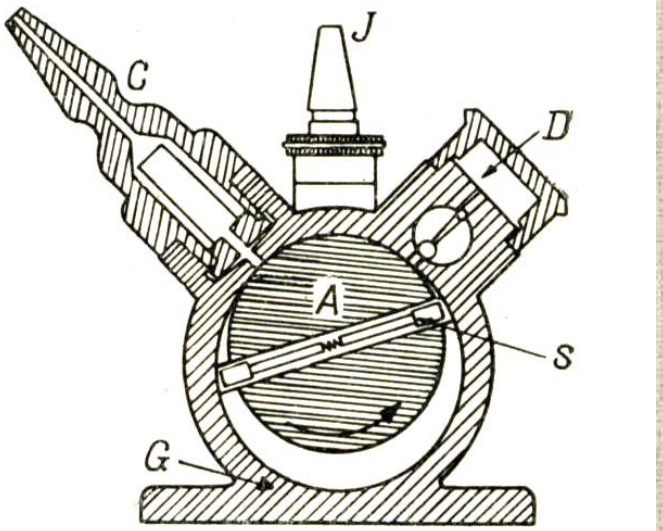
Классификация современных вакуумных насосов



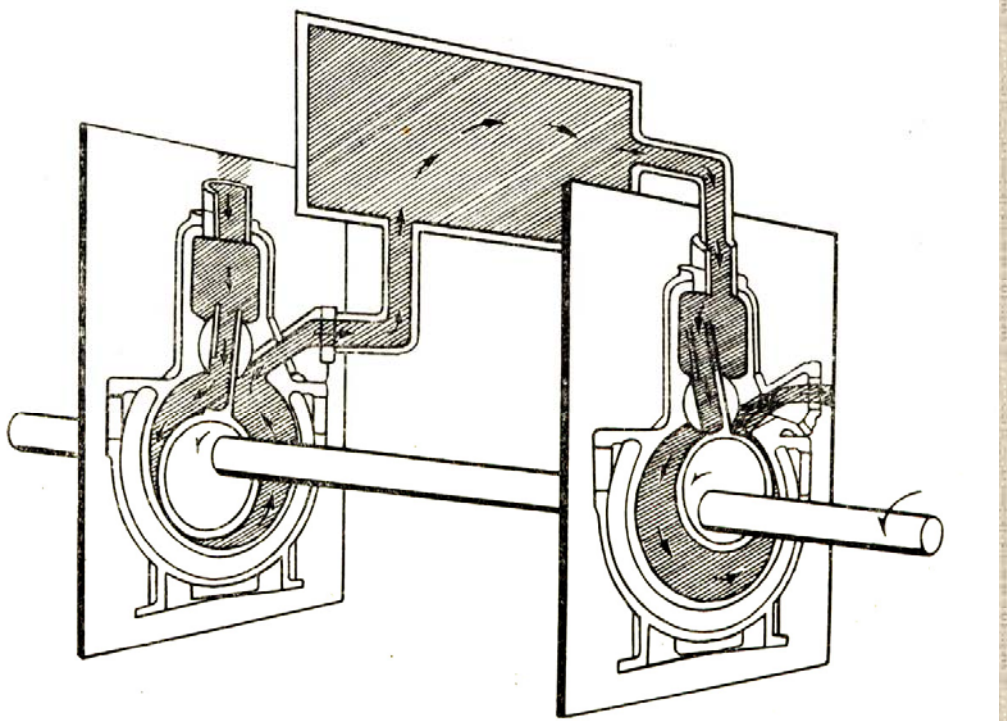


Диапазоны рабочих давлений в мм ртутного столба для современных вакуумных насосов различного типа

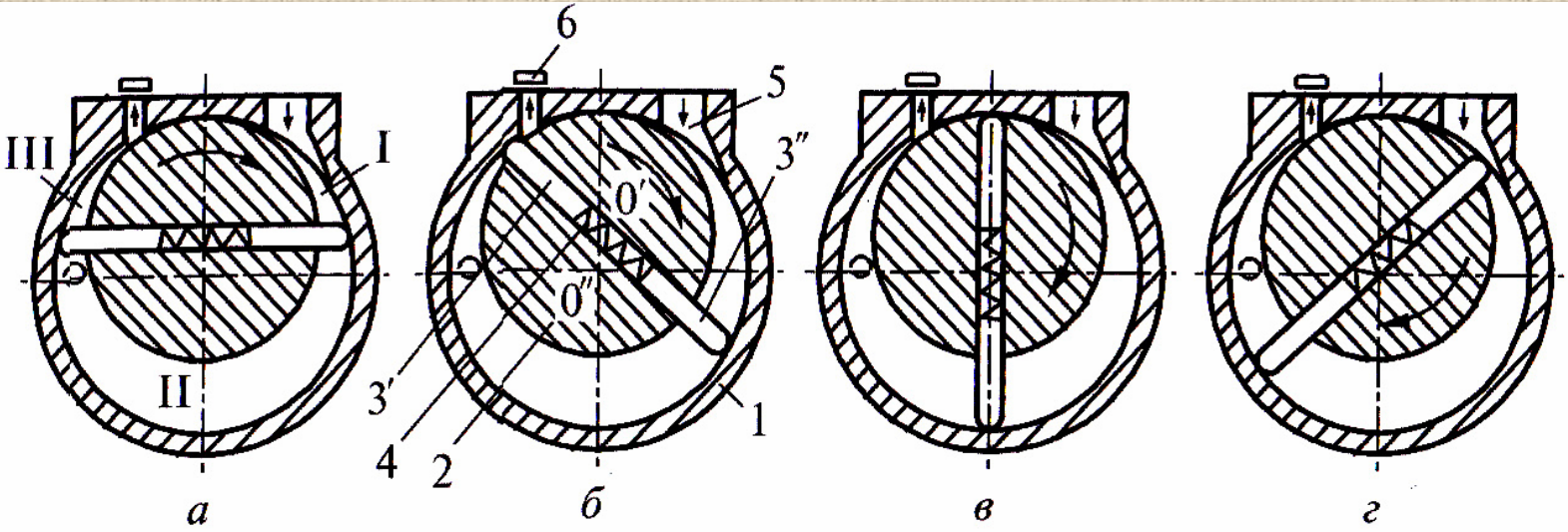
ФОРВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ



Вращательный масляный насос Геде (разрез).



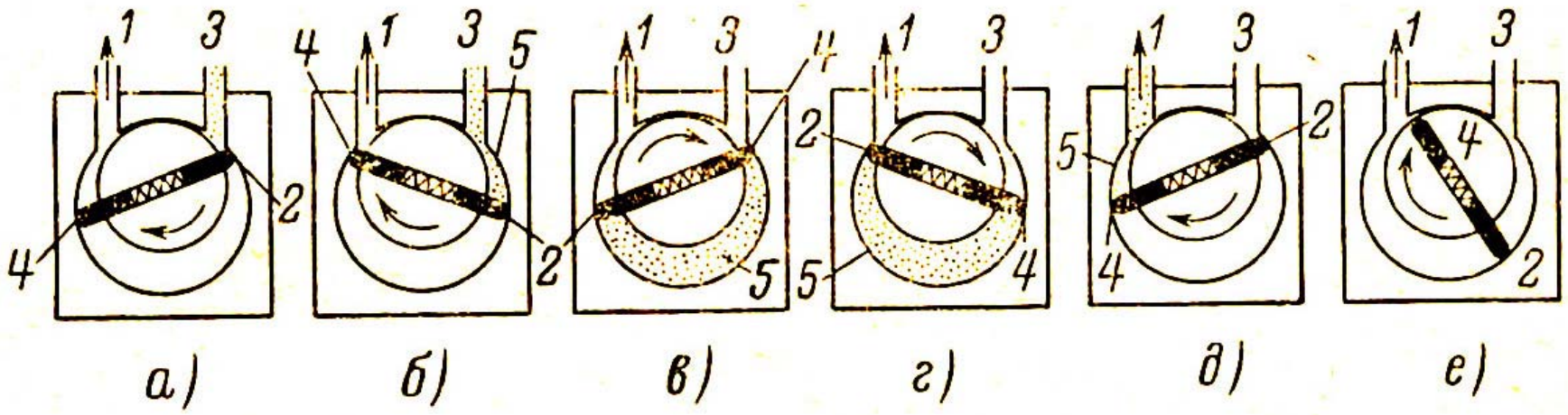
Фиг. 3.6. Двухступенный золотниковый механический насос с эксцентрическим поршнем (Кинней, модель КС).



Пластинчато-роторный вакуумный насос:

I — полость всасывания; II — полость перемещения и частичного сжатия газа; III — полость вытеснения газа. 1 — корпус; 2 — ротор; 3 — пластины; 4 — пружина; 5 — впускной канал; 6 — впускной канал с клапаном

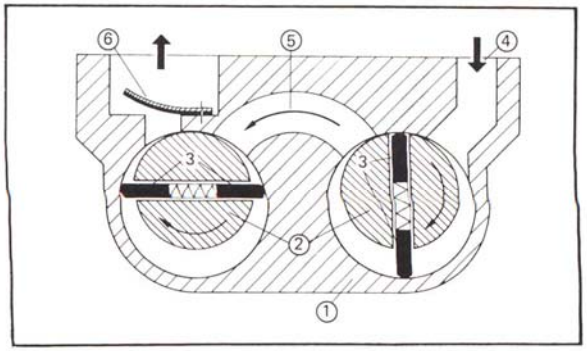
Шесть фаз рабочего процесса пластинчато-роторного насоса (обратный клапан на линии отсутствует)

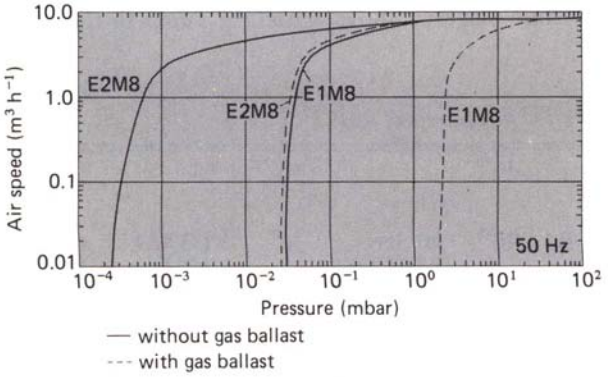


а — пластина *2* только что миновала входное отверстие патрубка *3*; *б* — при дальнейшем вращении происходит увеличение объема *5* и всасывание воздуха через патрубок *3*; *в* — пластина *4* заняла положение пластины *2* в фазе (*а*), объем *5*, заполненный газом, отключен от входного патрубка *3* и выходного патрубка *1*; *г* — объем *5* еще не соединен с патрубком *1*; *д* — при дальнейшем вращении происходит уменьшение объема *5* и сжатый газ выталкивается через патрубок *1*; *е* — весь газ вытолкнут через патрубок *1*.

Figure A1.1. The rotary-vane vacuum pump. (*a*) In this two stage pump gas entering by the intake port (4) is compressed by the sliding vanes (3) in the first chamber and forced through the connecting duct (5) into the second chamber where it is further compressed until its pressure is high enough to open the exhaust valve (6) and allow it to escape. Key: (1) Cylindrical housing (stator); (2) Eccentric rotors; (3) Sliding vanes; (4) Intake port; (5) Duct connecting 1st and 2nd stages; (6) Exhaust valve. (*b*) Performance curves of commercial rotary vacuum pumps suitable for use in electron microscopy. The adverse effect of gas ballast operation on the ultimate vacuum can be seen. (Courtesy of Leybold-Heraeus GmbH (*a*) and Edwards High Vacuum (*b*).)

(*a*)





(*b*)

РОТОРНЫЕ НАСОСЫ

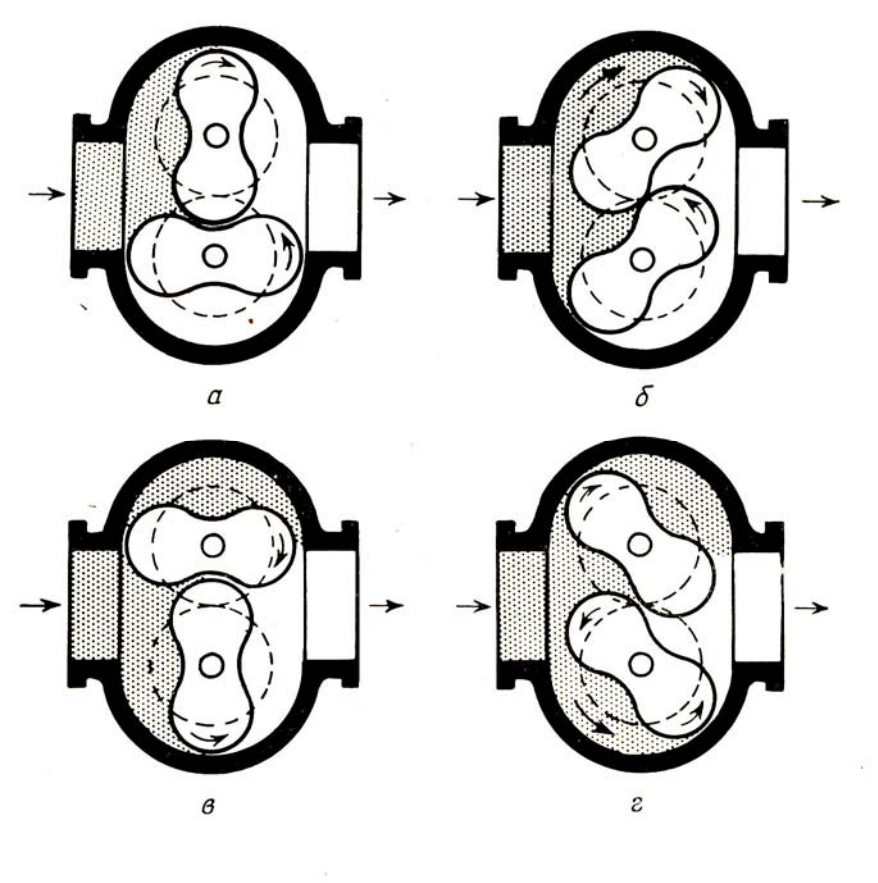
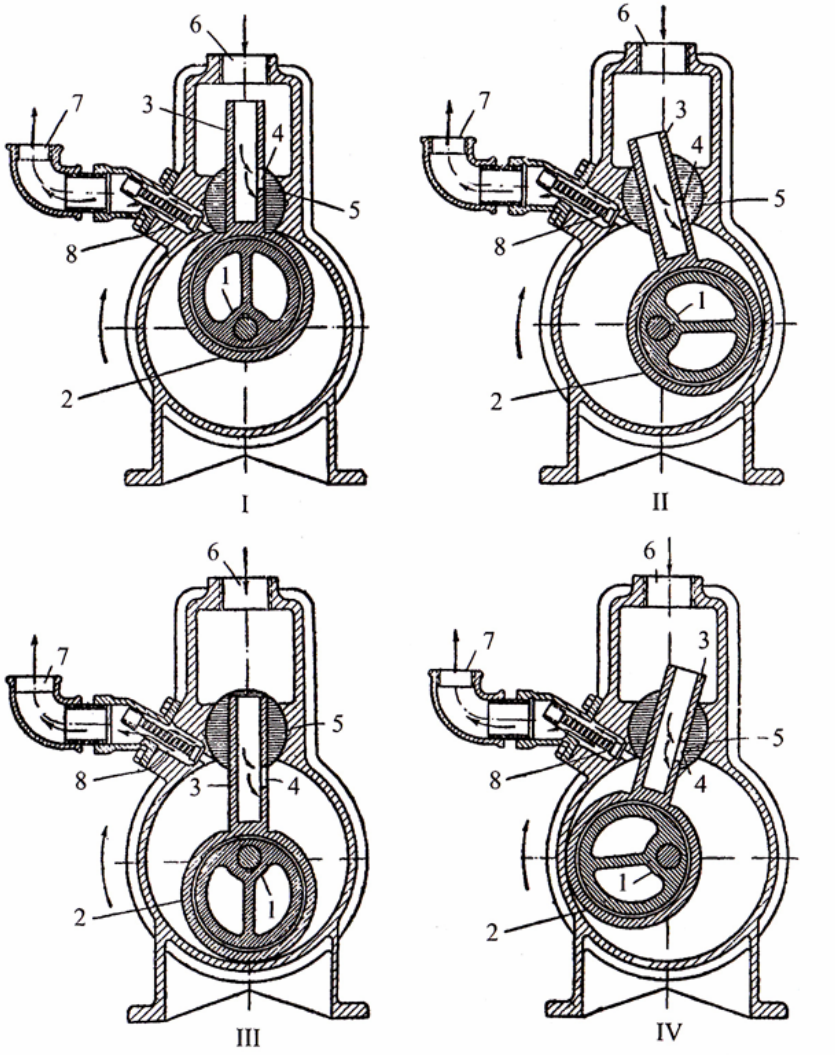


Схема работы двухроторного насоса

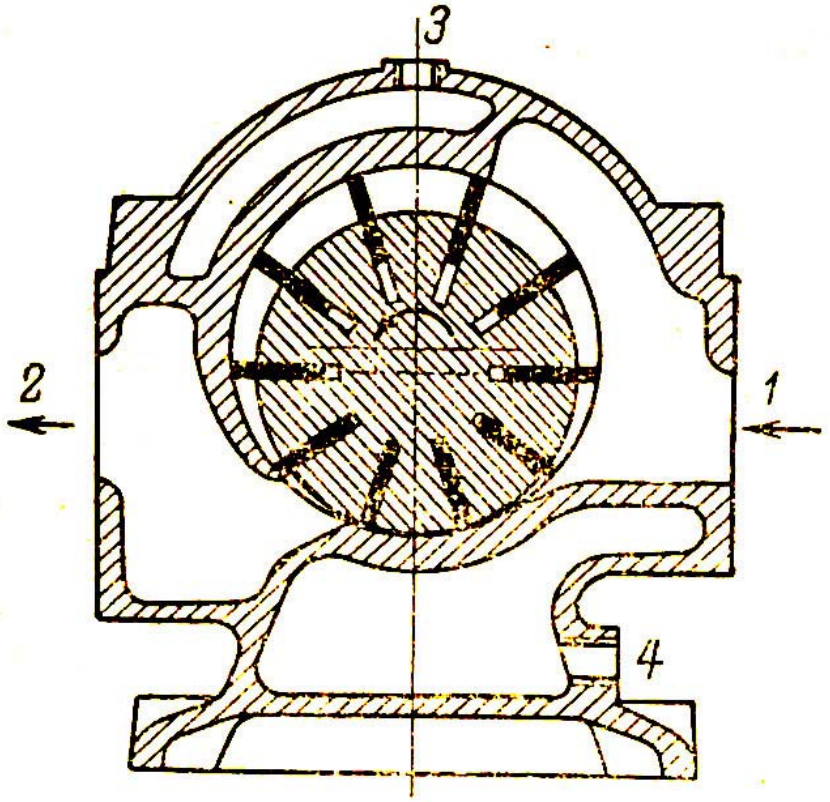


Устройство плунжерного насоса:

I, II, III, IV — характерные положения поршня.

1 — эксцентрик; 2 — обойма (поршень); 3 — плоская часть; 4 — отверстия; 5 — золотник (вкладыш); 6 — впускное отверстие; 7 — выпускное отверстие; 8 — клапан

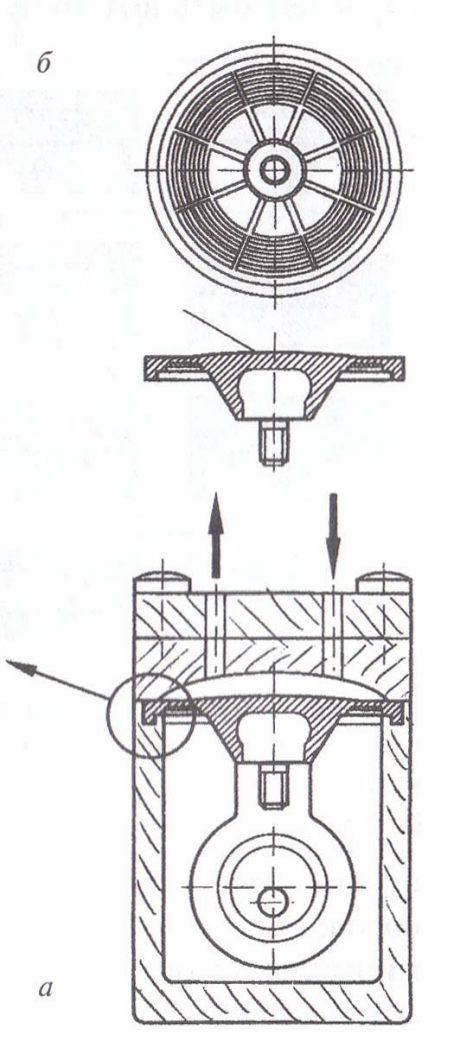
МНОГОПЛАСТИНЧАТЫЙ РОТОРНЫЙ НАСОС

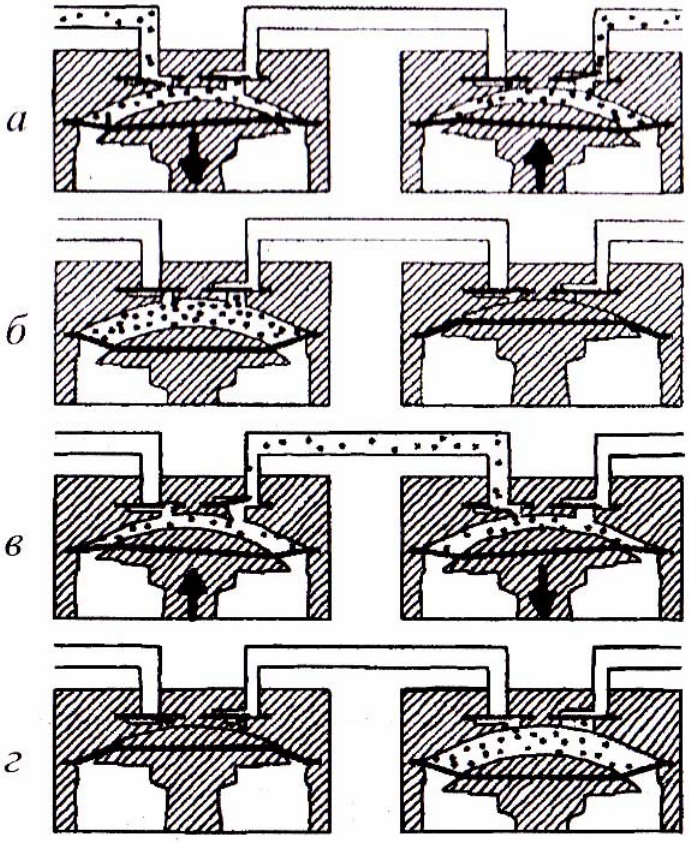


Многопластинчатый насос фирмы «Компани де машин пневматик ротатив».

1 — входное отверстие; *2* — выходное отверстие; *3*, *4* — выход и вход охлаждающей воды.

Диафрагменные вакуумные насосы





Принцип работы двухступенчатого диафрагменного вакуумного насоса (показаны четыре последовательные фазы работы)

ТУРБОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ НАСОСЫ

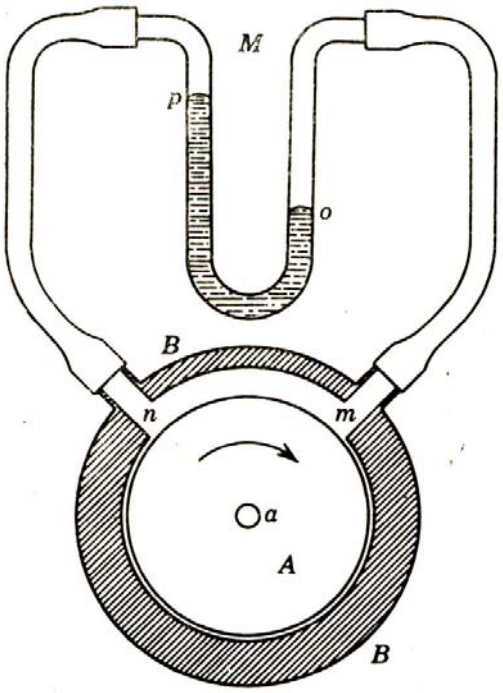
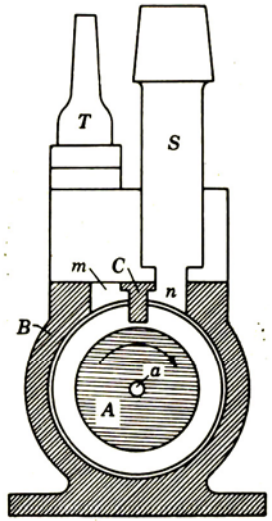
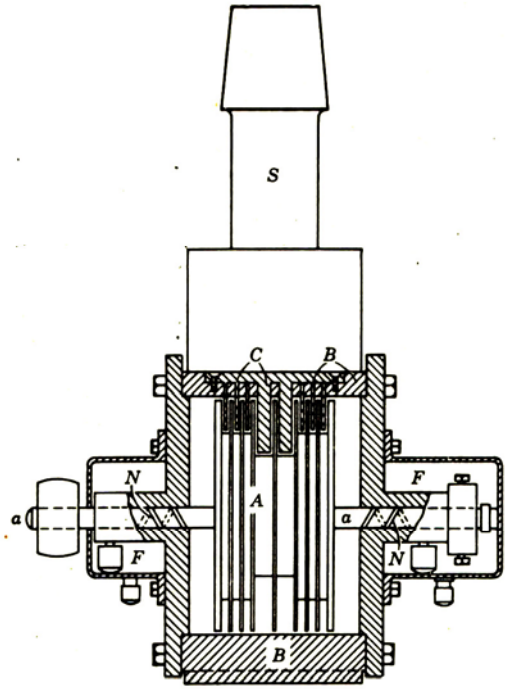


Схема работы молекулярного насоса Геде.

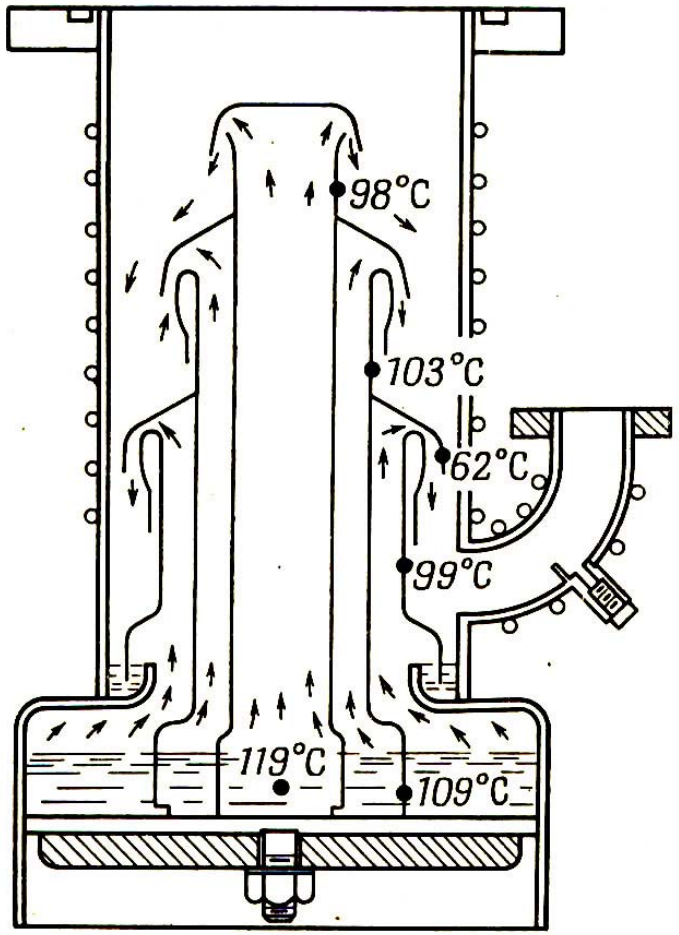


Фиг. 3.11. Молекулярный насос Геде (вид спереди).

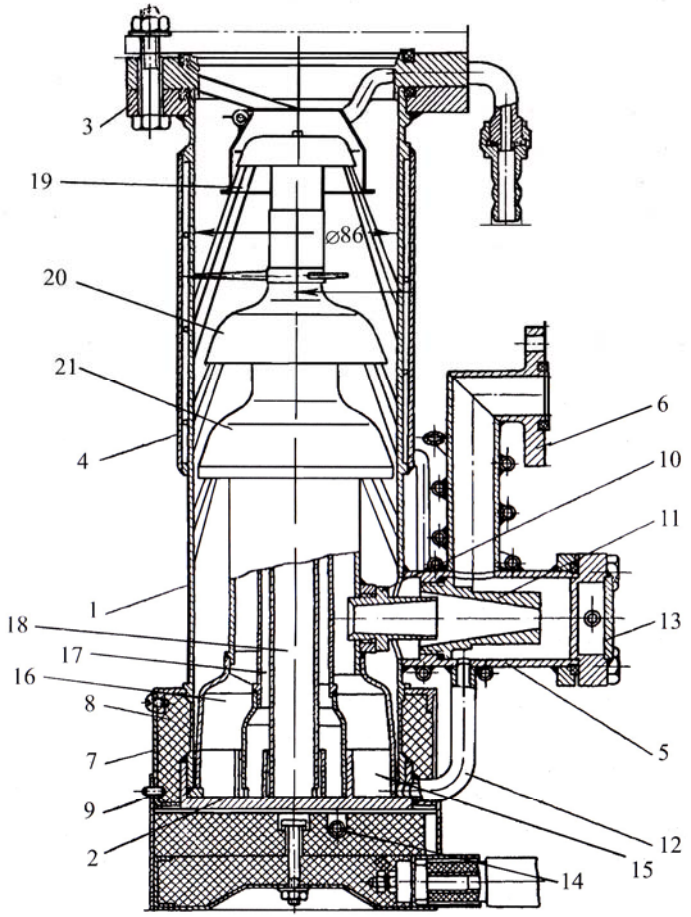


Фиг. 3.12. Молекулярный насос Геде (вид сбоку).

ПАРОСТРУЙНЫЕ ДИФФУЗИОННЫЕ НАСОСЫ



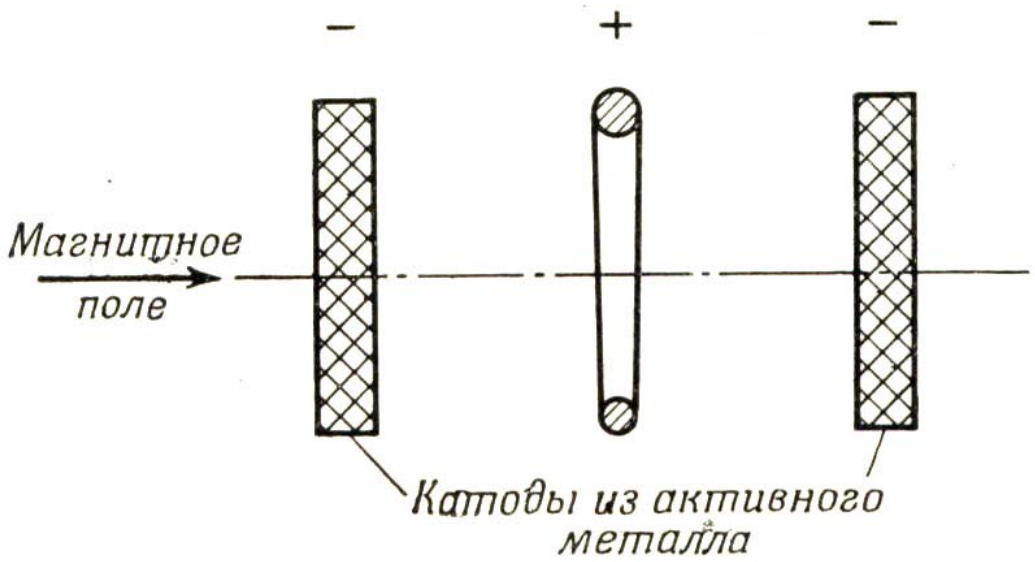
Распределение температур в типичном паромасляном насосе (Смит).



Конструкция четырехступенчатого пароструйного диффузионного насоса:

1 — корпус; 2 — днище; 3 — входной фланец; 4 — рубашка охлаждения; 5 — патрубок; 6 — выходной фланец; 7 — кожух; 8 — асбестовая вата; 9 — штырь; 10 — эжекторное сопло; 11 — диффузор; 12 — трубка; 13 — заглушка; 14 — нагреватель; 15 — кипятильник; 16, 17, 18 — паропроводы; 19, 20, 21 — сопла первой, второй и третьей ступени соответственно

Принцип работы ионно-сорбционного насоса



Фиг. 9.23. Насос Пеннинга.

$$10^{-6} \div 10^{-11}$$

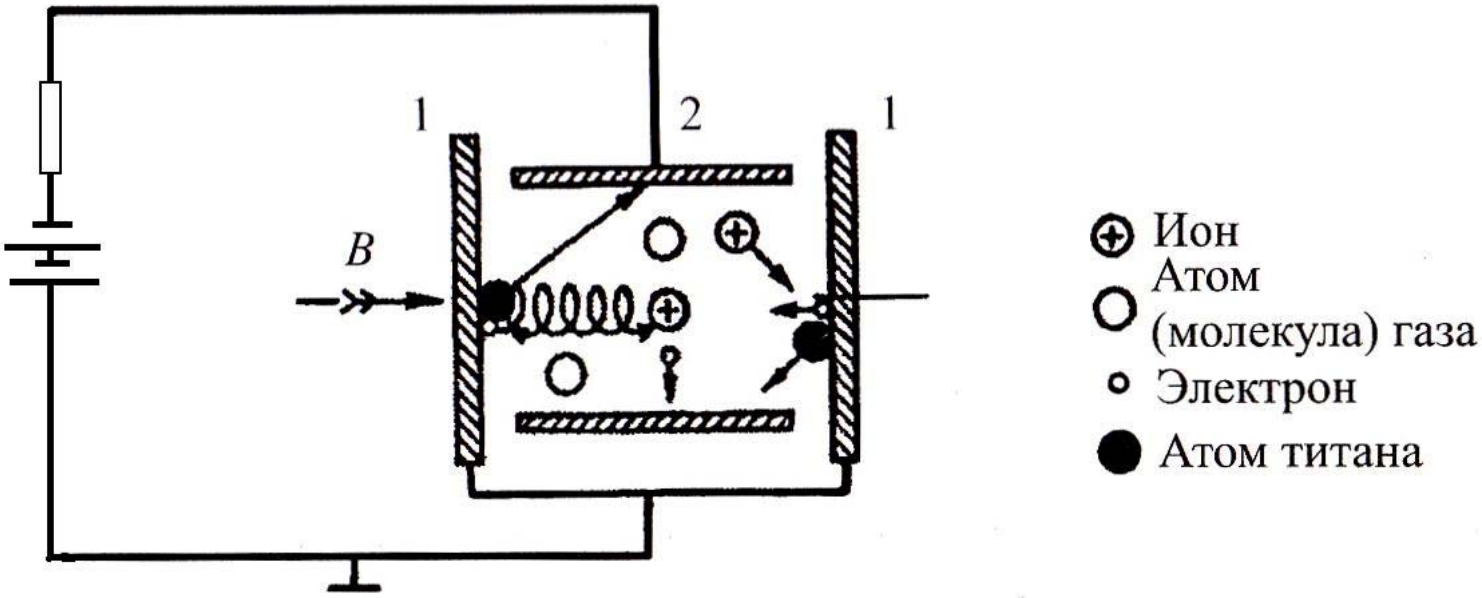


Схема одной ячейки диодного магниторазрядного насоса:

1 — два элемента катода из титана; 2 — цилиндрический анод;
B — индукция магнитного поля

СХЕМЫ ВАКУУМНЫХ УСТАНОВОК

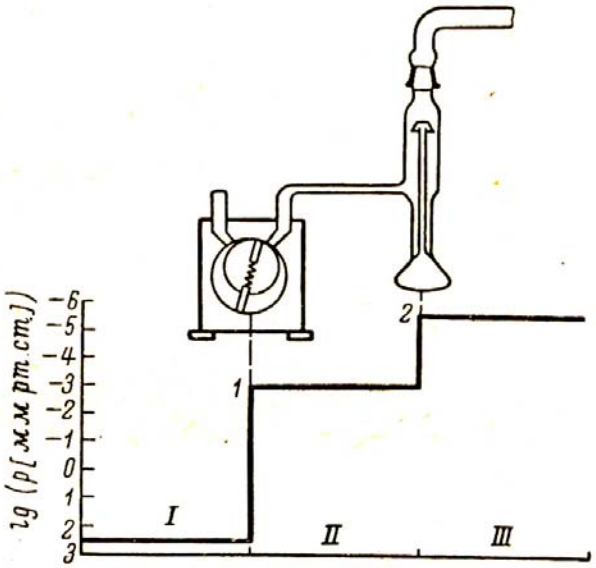


Рис. 4-1. Установка с вращательным насосом предварительного разрежения и масляным диффузионным насосом. Установка включает две ступени откачки (*1—2*) и три участка (*I—III*) с различным давлением.

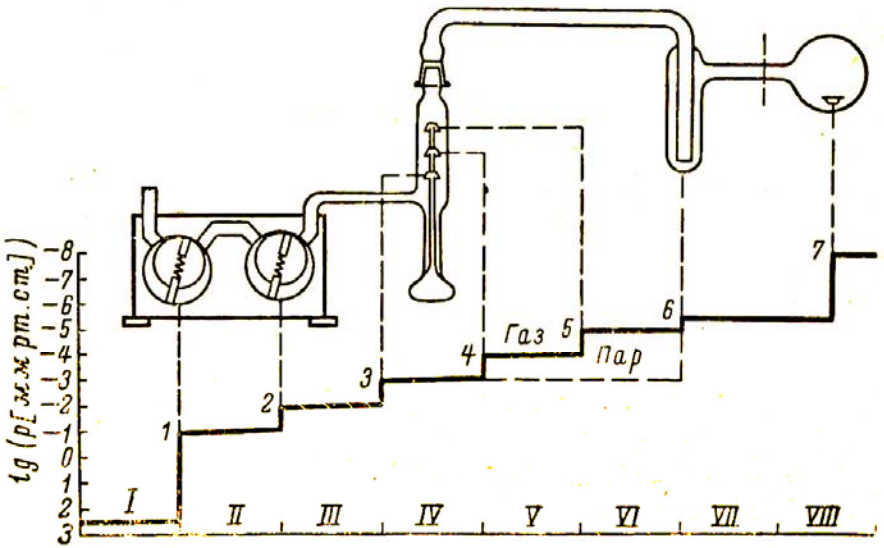
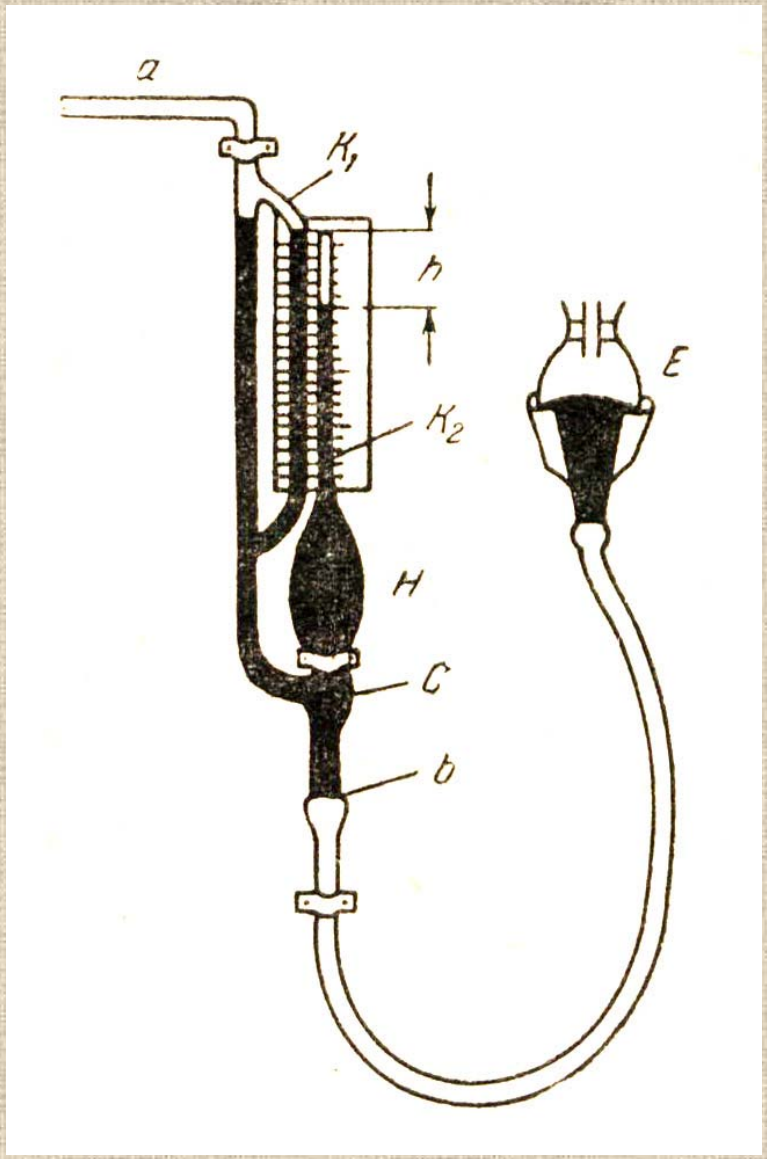


Рис. 4-2. Установка с двухступенчатым насосом предварительного разрежения, трехступенчатым ртутным диффузионным насосом, вымораживающей ловушкой и геттером. Установка включает семь ступеней откачки реципиента (*1—7*) и восемь участков с различным давлением.

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ВАКУУМА

КОМПРЕССИОННЫЙ МАНОМЕТР МАК-ЛЕОДА

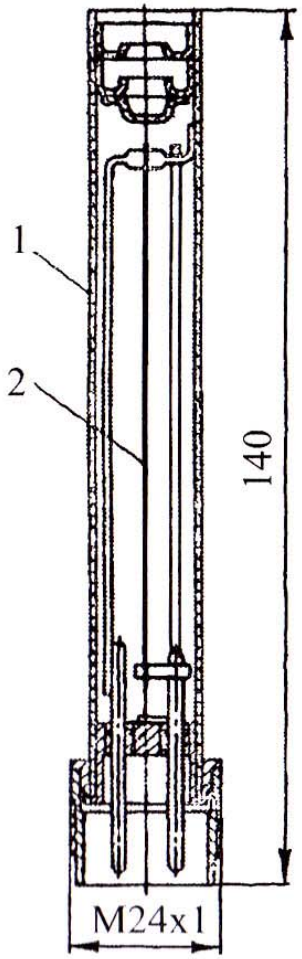


$$pV = p_1V_1 = hV_1$$

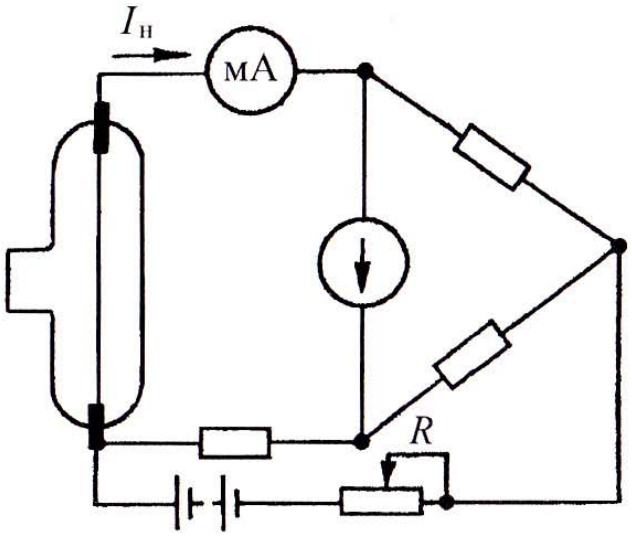
$$V_1 = \pi r^2 h$$

$$p = \frac{\pi r^2}{V} \cdot h^2$$

Манометр сопротивления



а

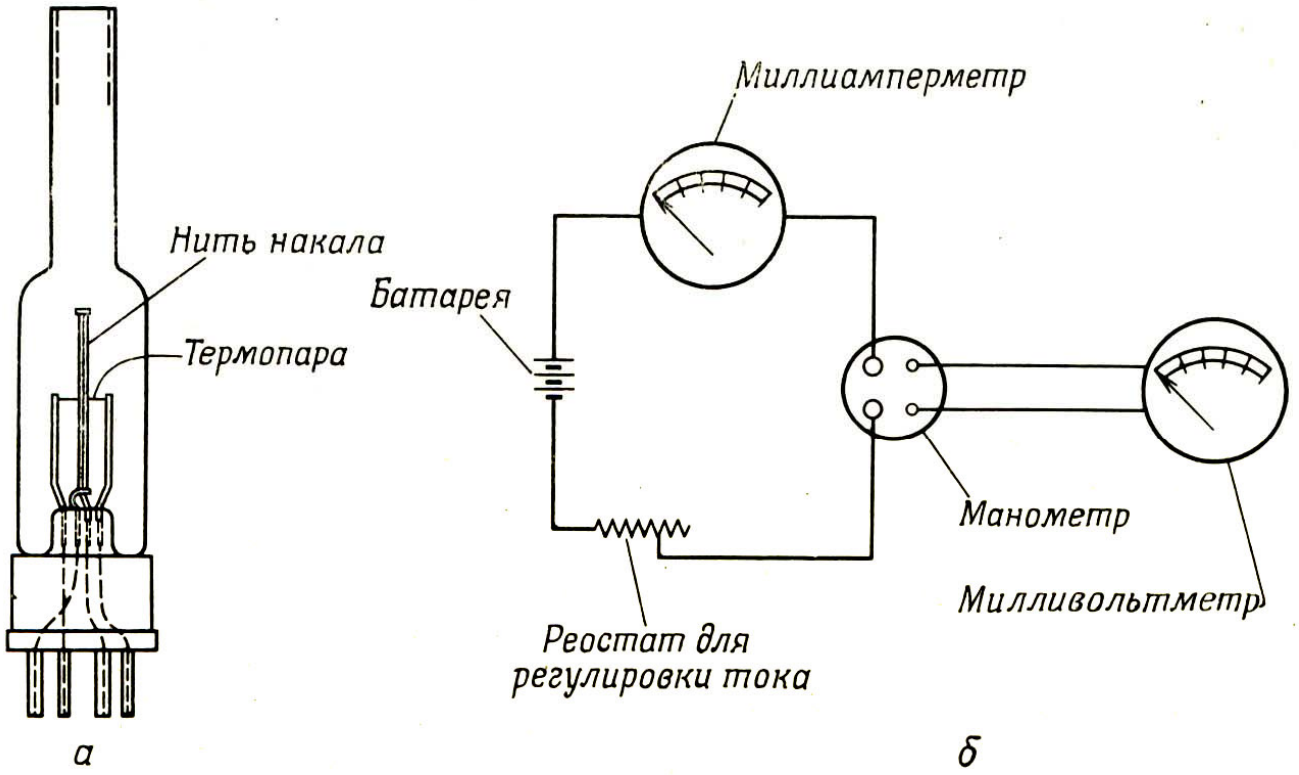


б

Манометрический преобразователь сопротивления ПМТ-6:

а — конструкция; *б* — схема измерения. 1 — корпус; 2 — нить канала

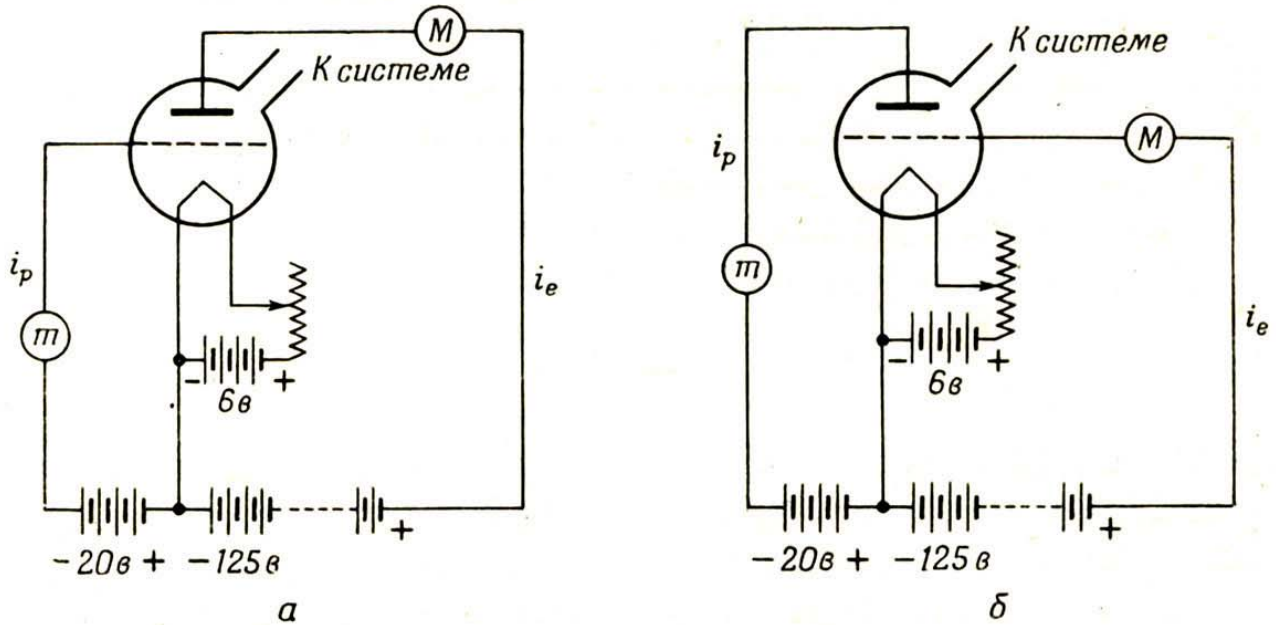
ТЕРМОПАРНЫЙ ВАКУУММЕТР



Манометр с термопарой (*а*) и измерительная схема к нему (*б*).

$$p \approx 10^{-1} \div 10^{-3}\ тор$$

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА ИОНИЗАЦИОННОГО ВАКУУМЕТРА



Электрические схемы для ионизационного манометра.
а — с внутренним коллектором; *б* — с внешним коллектором.

$$i_e = \gamma p$$

$$p \square 10^{-3} \div 10^{-12} \, mop$$

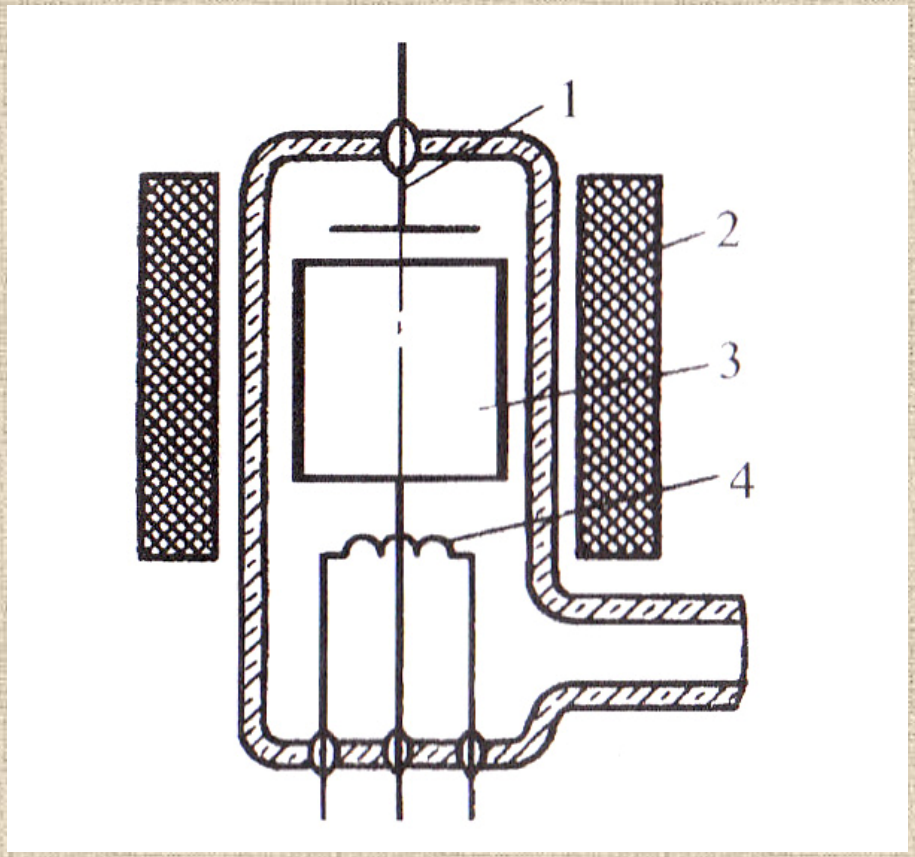
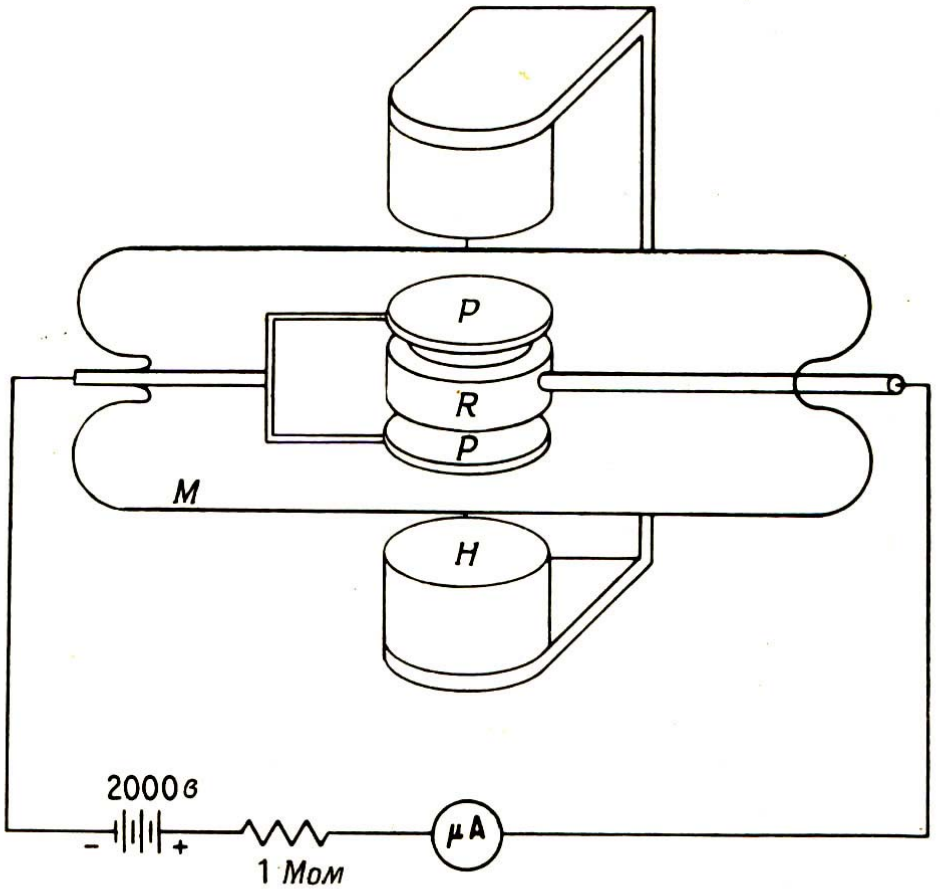


Схема магнетронного ионизационного манометра

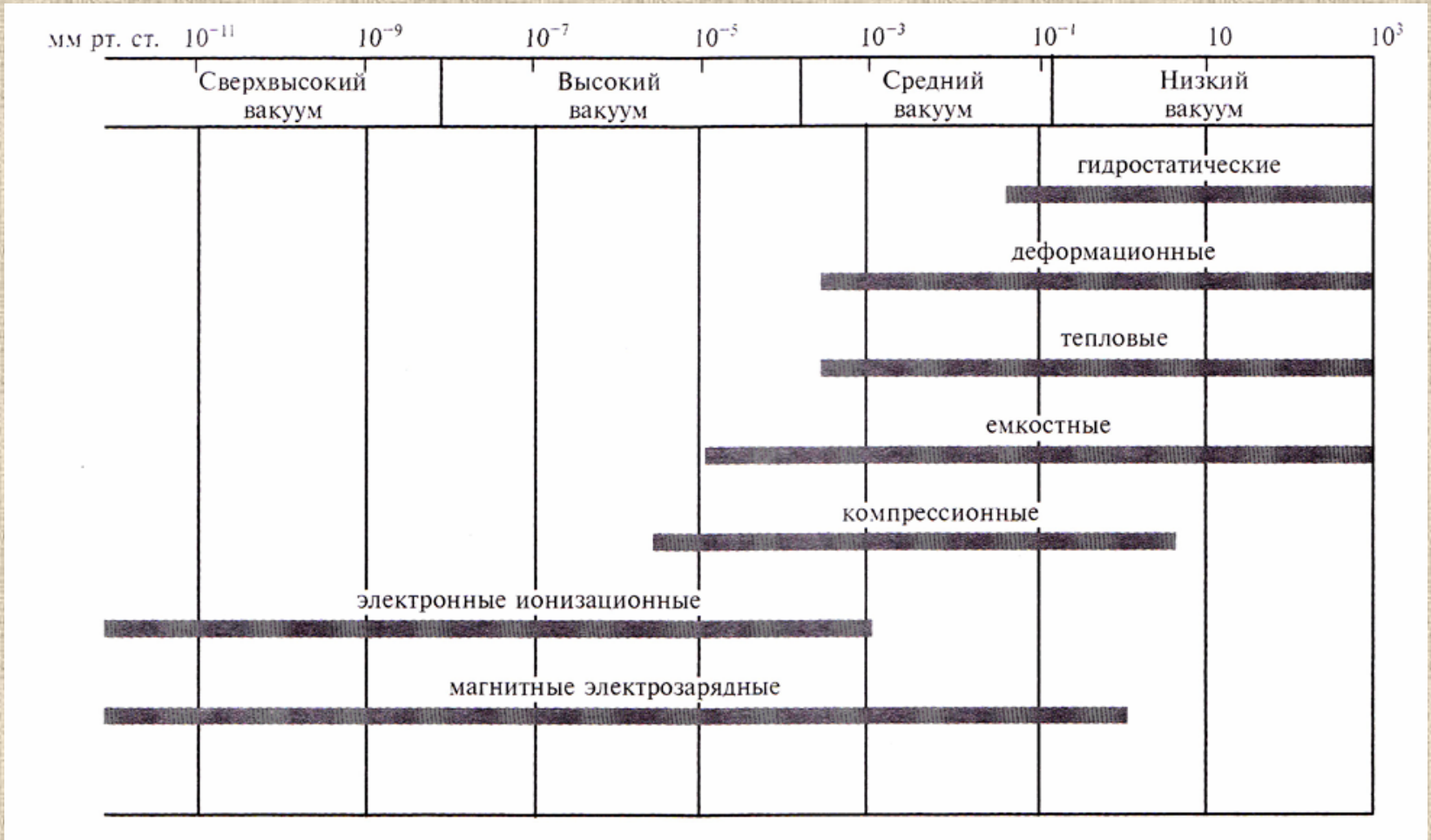
1. Коллектор ионов
2. Магнит
3. Анод
4. Катод

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА МАГНИТОРАЗРЯДНОГО ВАКУУМЕТРА

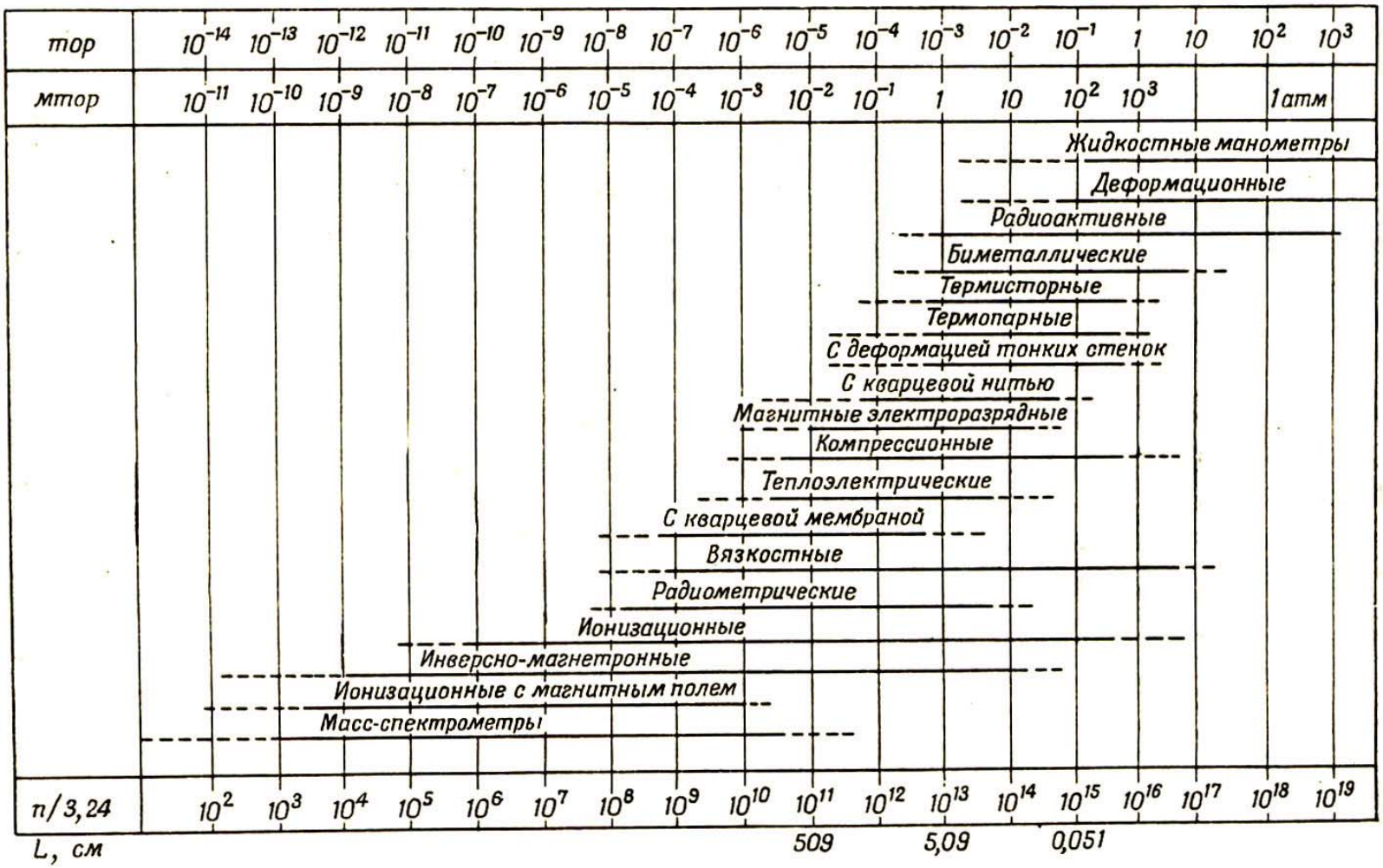


Магнитный электрозарядный манометр (Пеннинг).

$$10^{-3} \div 10^{-5}$$


мм рт. ст.
10^{-11}
10^{-9}
10^{-7}
10^{-5}
10^{-3}
10^{-1}
10
10^{3}
Сверхвысокий вакуум
Высокий вакуум
Средний вакуум
Низкий вакуум
гидростатические
деформационные
тепловые
емкостные
компрессионные
электронные ионизационные
магнитные электрозарядные

РАБОЧИЕ ДИАПАЗОНЫ ВАКУУМЕТРОВ



ОСНОВНЫЕ ЭЛЕМНТЫ КОНСТРУКЦИЙ ВАКУУМНЫХ СИСТЕМ

Вещество или материал	Давление насыщенного пара при 20 °С, мм рт. ст.
Вода	17,5
Масла для вращательных насосов	10^{-2} — 10^{-5}
Ртуть	$1{,}2 \cdot 10^{-3}$
Смазки, уплотнители	10^{-3} — 10^{-10}
Масла для пароструйных насосов	10^{-5} — 10^{-9}
Стекло	10^{-15} — 10^{-25}

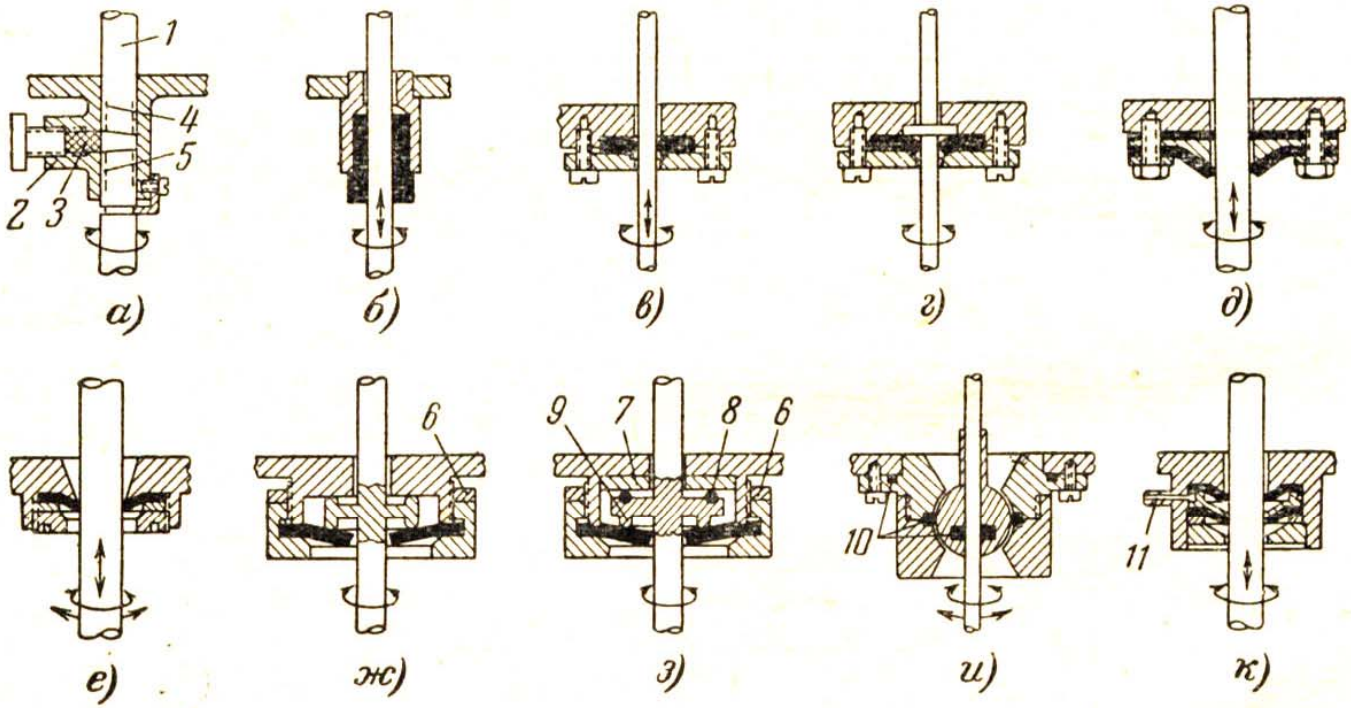


Рис. 13-1. Вакуумные вводы валов (вакуумная сторона сверху).

а — вал *1* с сальником *2*, заполненным уплотнителем *3* (смесь апиезонового воска с графитом) [Л. 1]; *4* — левая резьба; *5* — правая резьба; *б—з* — уплотнение валов резиной [Л. 2, 17]; *6* — стопорное кольцо (контргайка); *7* — стальная пластина; *8* — стальной шарик; *9* — опора; *и* — вал с шаровым шарниром конструкции Рецлова [Л. 5]; *10* — резиновые кольца круглого сечения; *к*—шток с двойным резиновым уплотнением и каналом *11* конструкции Вильсона [Л. 6], служащий для управления затвором.

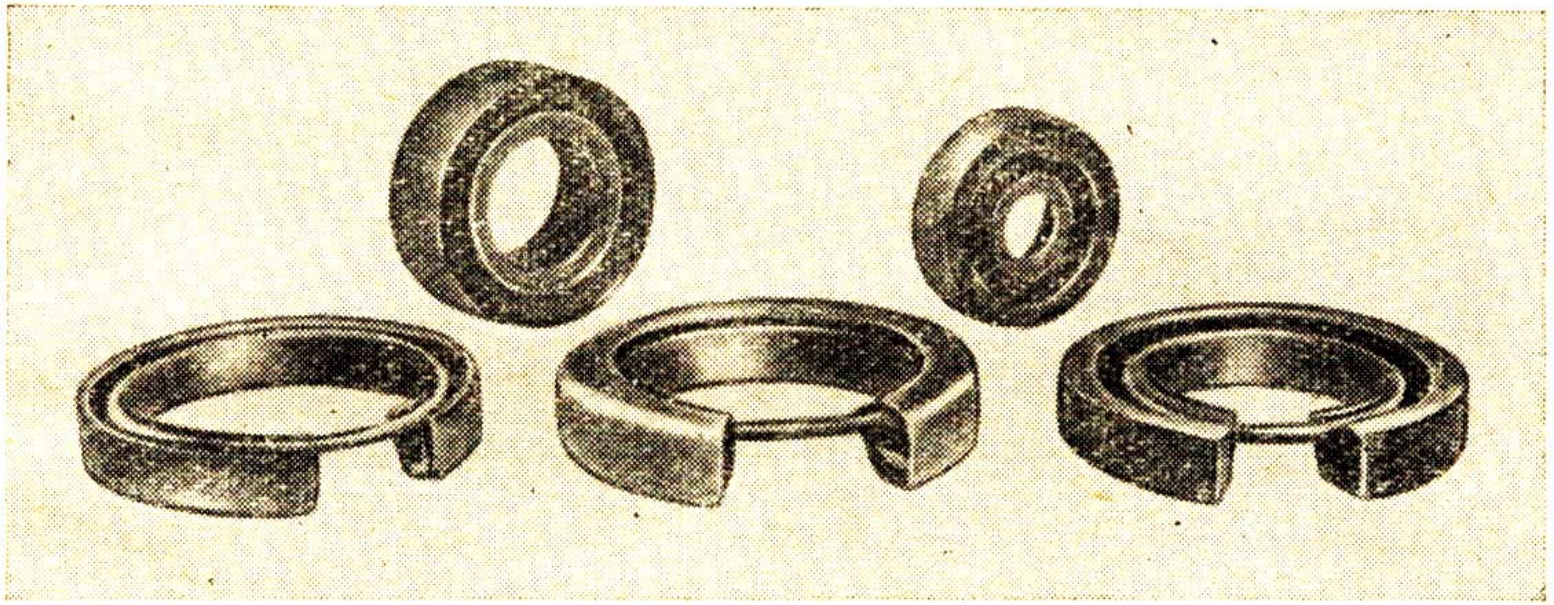
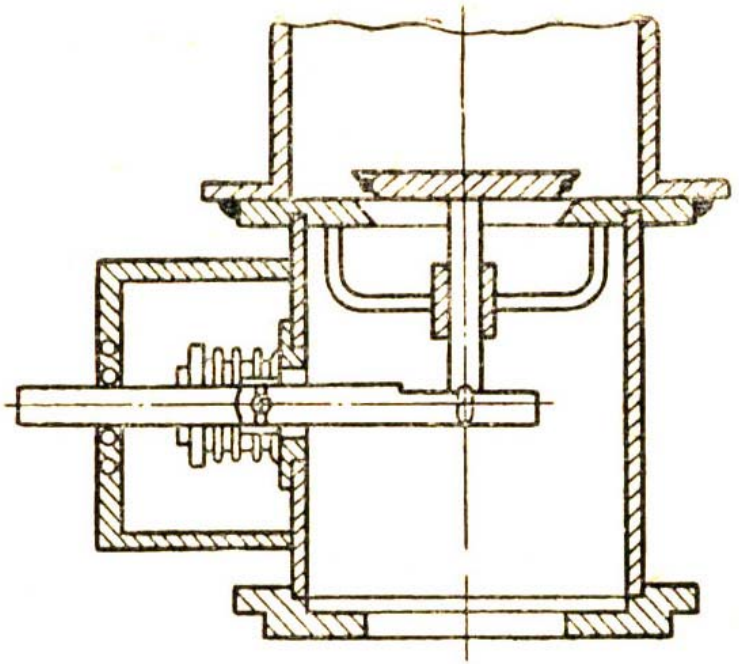


Рис. 13-2. Армированные пластмассовые самоподтягивающиеся манжеты зиммерринг, в первом ряду показаны зиммерринги с вырезом.

Рис. 3-14. Дисковый затвор с рычажным управлением и металлическим сильфоном.



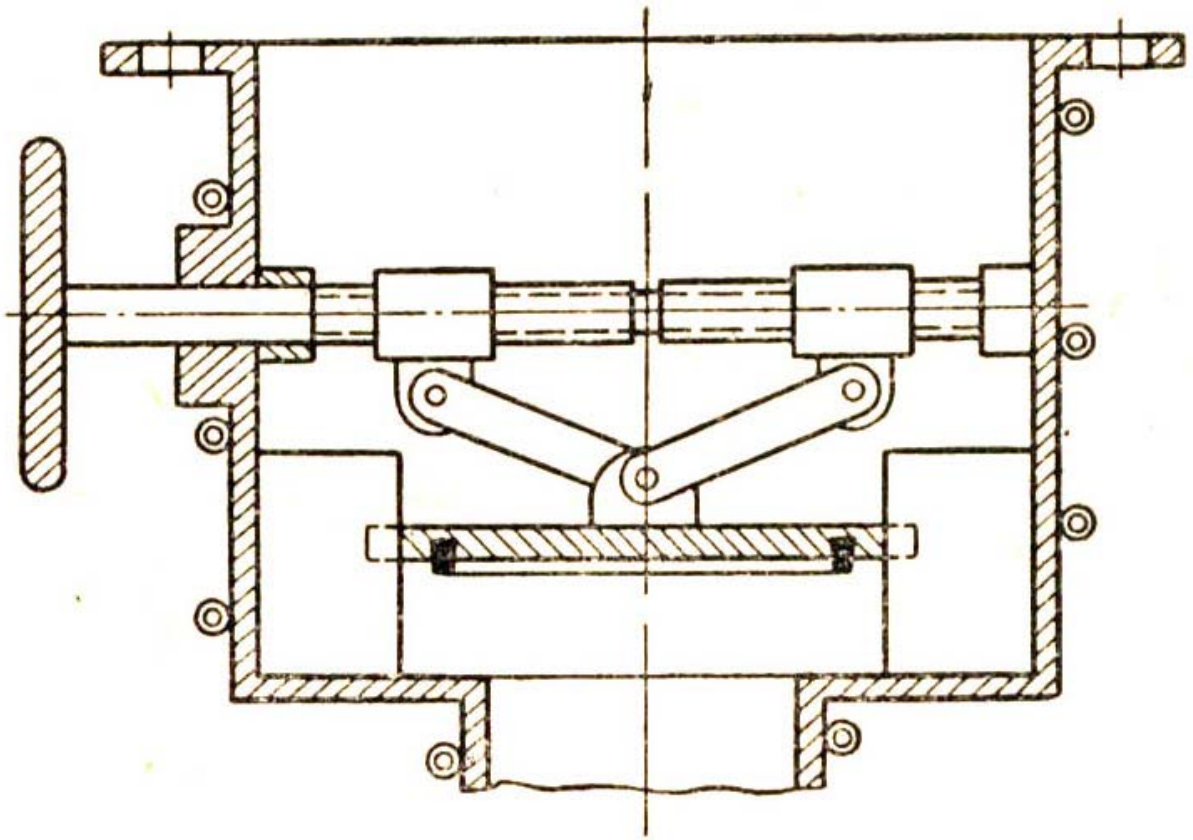


Рис. 3-15. Дисковый затвор с управлением от вала.

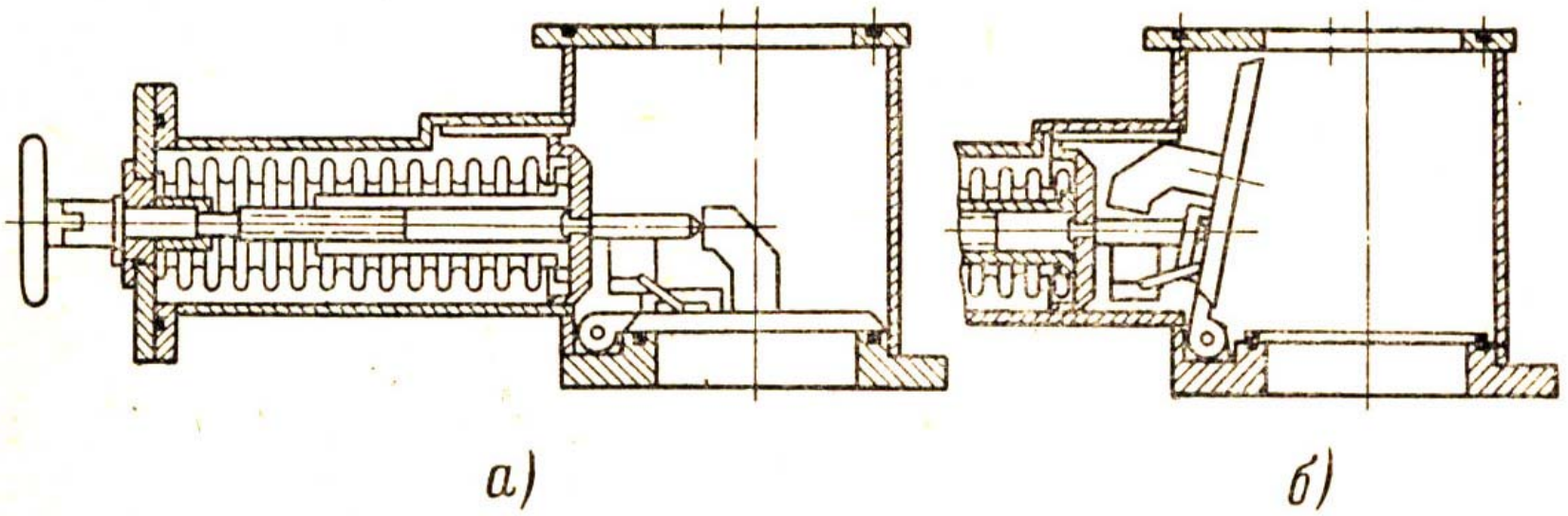


Рис. 3-16. Дисковый затвор $Д_у$ 95 с управлением от вала и сильфоном.

а — закрытое положение; *б* — открытое положение.

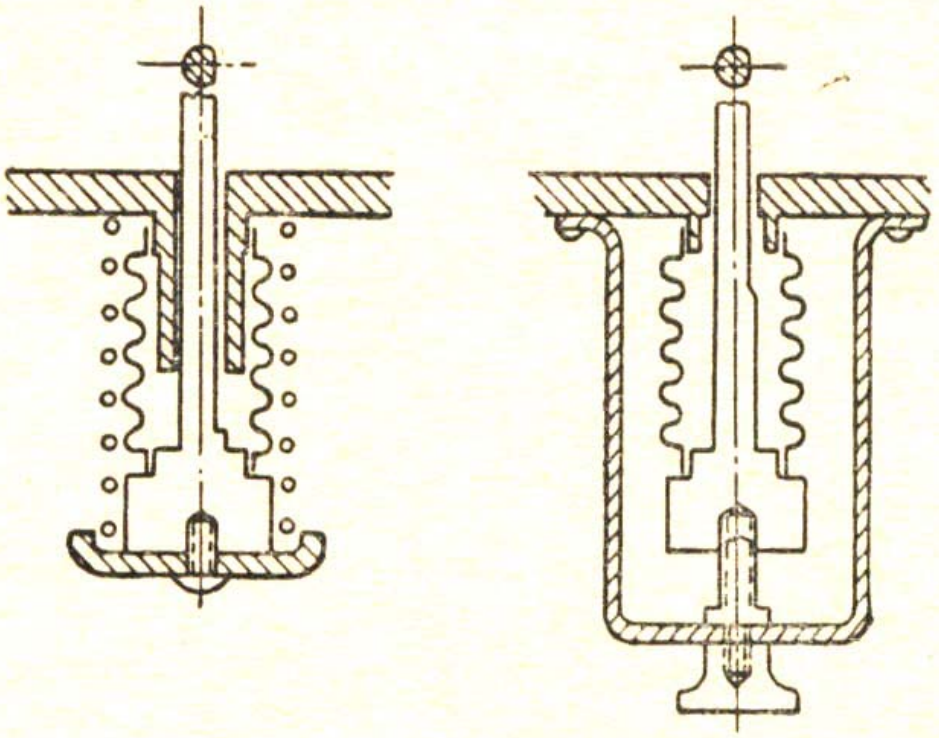


Рис. 13-22. Устройство для передвижения стержня (вверх и вниз) с металлическим сильфоном.

а — кнопка с пружиной; *б* — перемещение с помощью винтового механизма.

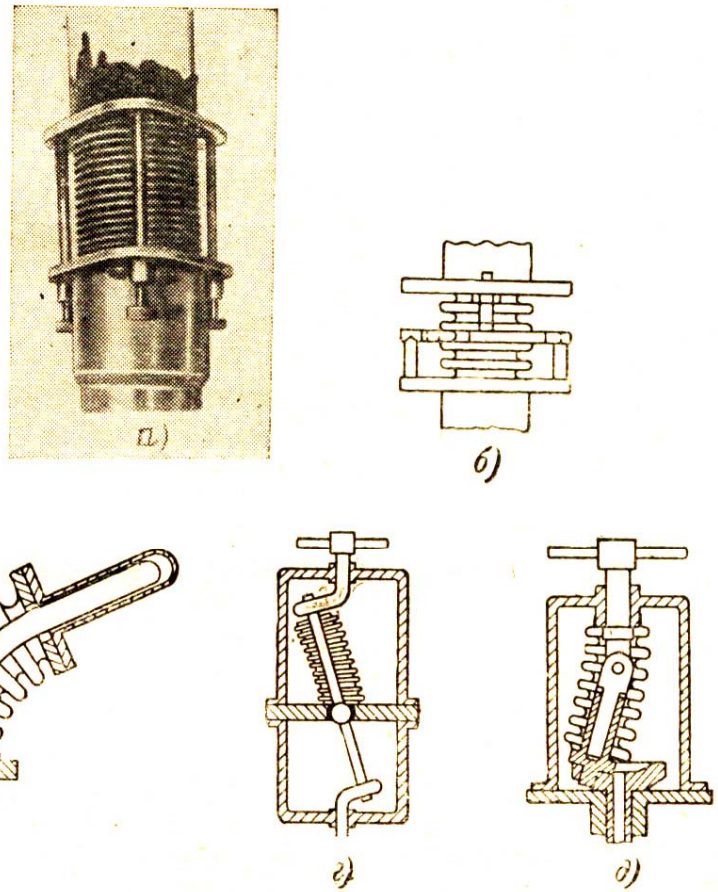


Рис. 13-23. Устройства для перемещения и вращения в вакууме; передача движения осуществляется снаружи вакуумной оболочки с помощью сильфонов.

а — перемещение промежуточного элемента с помощью трех винтов; *б* — наклоняемый в двух плоскостях промежуточный элемент; *в* — вакуумный рычаг с рукояткой; *г* — вакуумный рычаг с шаровым шарниром; *д* — вакуумный рычаг с шарниром.

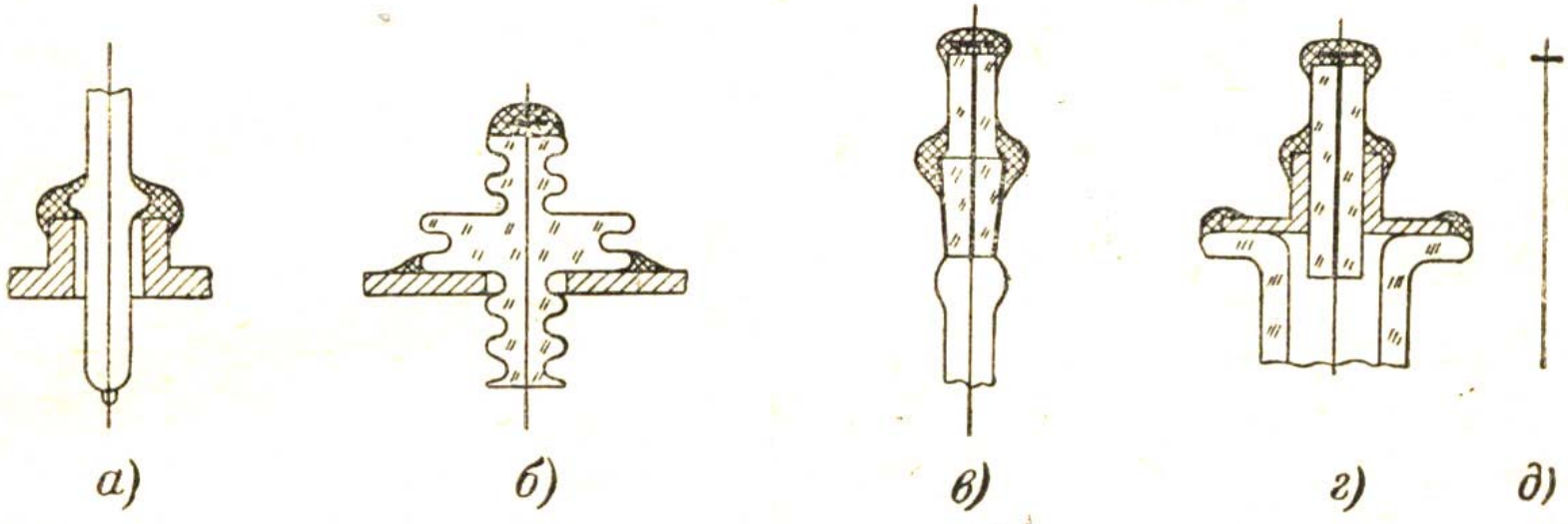


Рис. 12-16. Изоляция электрических вводов, закрепленных замазкой.

а — проволока впаяна в стеклянную трубку, закрепленную замазкой; *б* — проволочный ввод с янтарным изолятором, закрепленный замазкой; *в* — проволочный ввод с кварцевым изолятором, снабженным сердечником шлифа, который вмазан в гильзу шлифа; *г*—проволочный ввод с кварцевым изолятором, который закреплен на металлическом фланце, закрепленном, в свою очередь, на стеклянной трубке с фланцем; *д* — проволочный ввод с напаянным диском, который используется в конструкциях, приведенных на рис. *б*—*г*.

Литература

1. С.Дешман Научные основы вакуумной техники
   Москва, Мир, 1964

2. Г.Менх Техника высокого вакуума
   Москва, Энергия, 1965

3. Е.П.Шешин Вакуумные технологии
   Долгопрудный, Изд.Дом ИНТЕЛЛЕКТ, 2009

РЕНТГЕНОВСКАЯ

ОПТИКА

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

- **Управление рентгеновскими пучками (многослойные зеркала, дифракционные зонные пластинки Френеля, монохроматоры, модуляторы, скоростные затворы и пр.)**

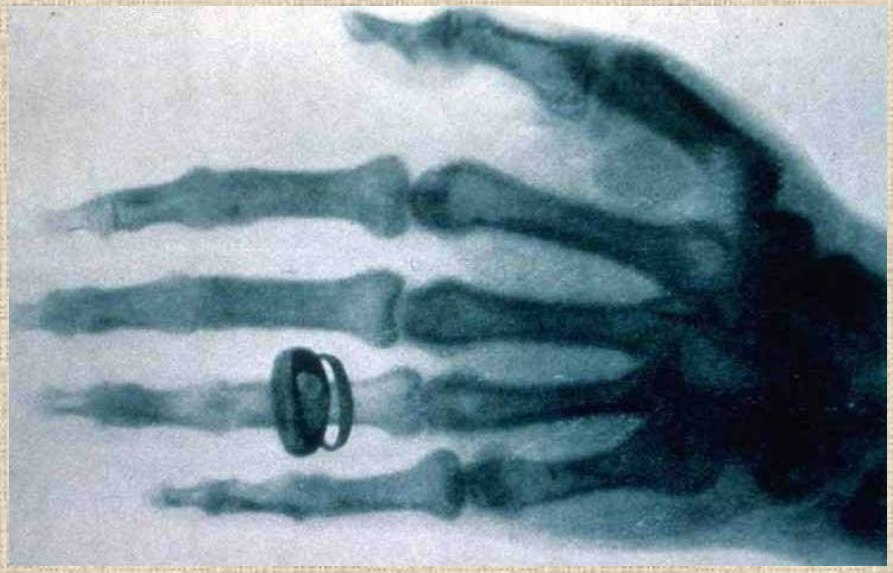
- **Дифракционная оптика реального кристалла. Рентгеновский дифракционный контраст дефектов.**

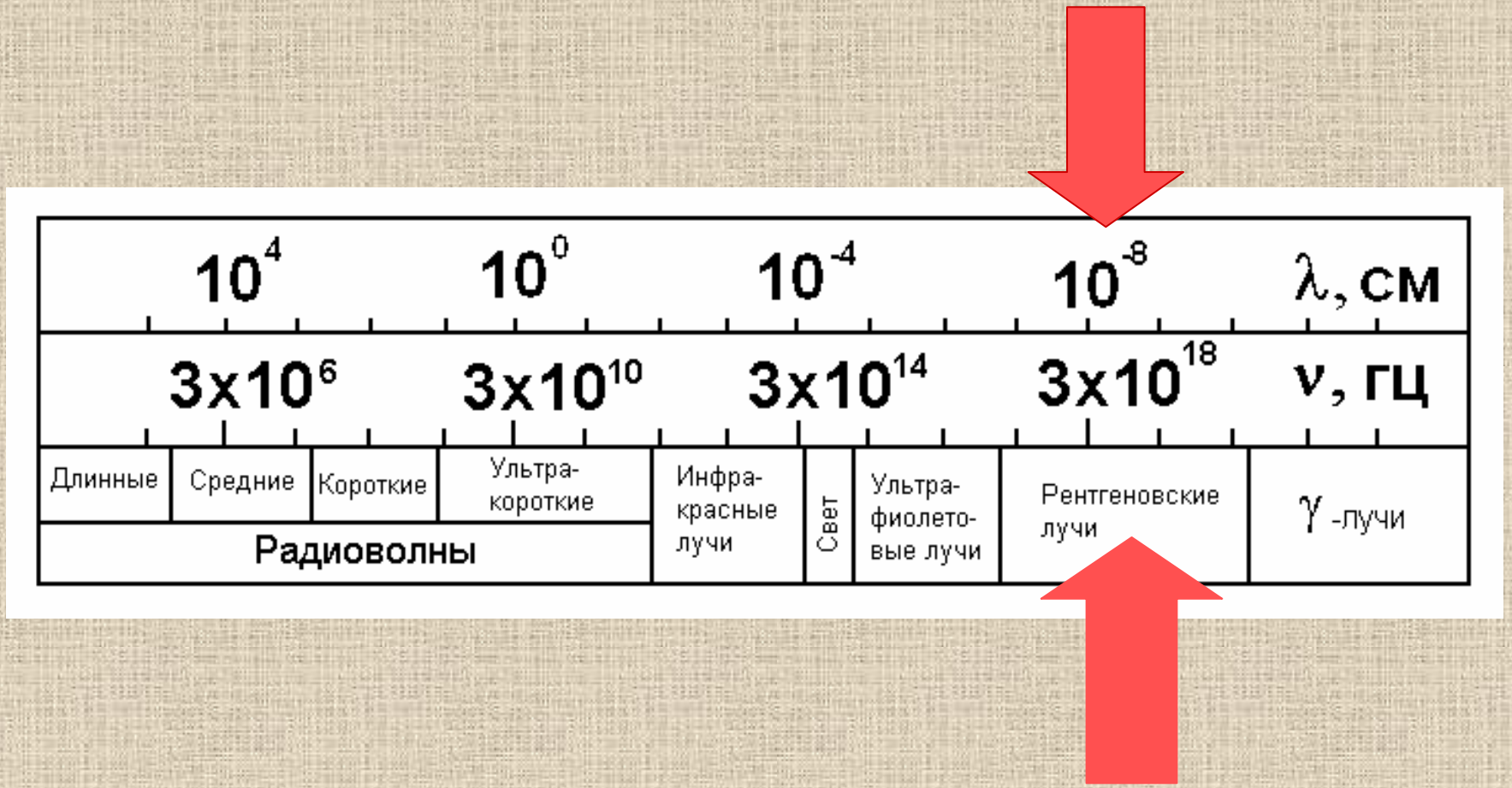
- **Динамическая теория дифракции в кристаллах с дефектами.**

- **Неупругие взаимодействия изучения с веществом**

Вильгельм Конрад Рентген (Wilhelm Conrad Röntgen) 27 марта 1845 Линнепе, Германская империя, 10 февраля 1923 (77 лет) Мюнхен, Германия, Университет Мюнхена (научный руководитель Август Кундт)

Нобелевская премия (1901) по физике за открытие X-излучения.




10^{4}
10^{0}
10^{-4}
10^{-8}
λ, см
$3x10^{6}$
$3x10^{10}$
$3x10^{14}$
$3x10^{18}$
ν, гц
Длинные
Средние
Короткие
Ультра-короткие
Радиоволны
Инфра-красные лучи
Свет
Ультра-фиолето-вые лучи
Рентгеновские лучи
γ -лучи

$$\varepsilon = \frac{1}{c^2} = 1 + \chi = n^2$$

$$n \approx 1 + \chi/2$$

$$\chi(r) = -\frac{R\lambda^2}{\pi} \cdot \rho(r) \approx -10^{-6}$$

$$R = \frac{e^2}{mc^2} \approx 10^{-24}\ см^2$$

Показатель преломления для рентгеновских лучей всегда меньше единицы в отличии, например от оптики видимого света. Дело в том, что частоты электромагнитных колебаний для рентгеновского диапазона значительно больше частот собственных колебаний электронов в атомах и следовательно в формуле (без учета затухания)

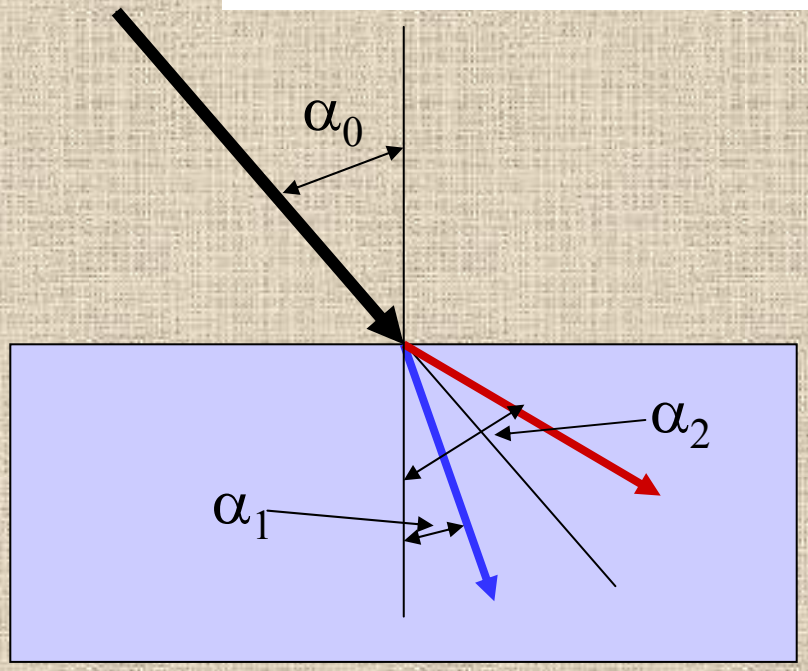
$$n^2 - 1 = \frac{4\pi N e^2}{m\left(\omega_0^{\,2} - \omega^2\right)}$$

ω_0 собственной частотой можно пренебречь и тогда соотношение дисперсии примет вид

$$n^2 = 1 - \frac{4\pi N e^2}{m\omega^2}$$

Так как ω^2 - велико, отличие коэффициента преломления для рентгеновских лучей от единицы очень незначительно. **Как показывают оценки это различие составляет величину порядка 10^{-6}.** Эти рассуждения впервые были проведены одновременно Г.А.Лорентцом и Л.Лоренцом в 1880 году. Формула для коэффициента преломления приведенная выше носит имя формулы Лоренц-Лорентца.

Законы преломления



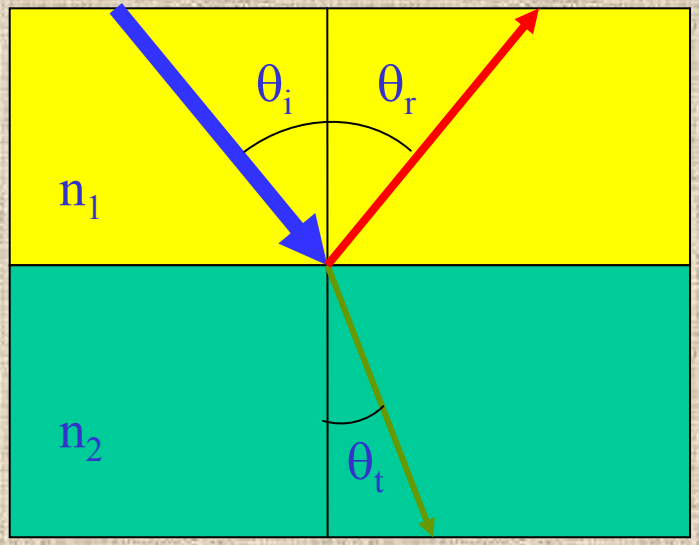
Закон Снеллиуса

$$n = \frac{\sin \alpha_0}{\sin \alpha_{1,2}}$$

$$n \approx 1 - 10^{-6} < 1!!!!$$

Это означает, что вакуум для рентгеновского излучения является более плотной средой чем любой материал.

Отражение и преломление электромагнитных волн на границе двух сред Формулы Френеля



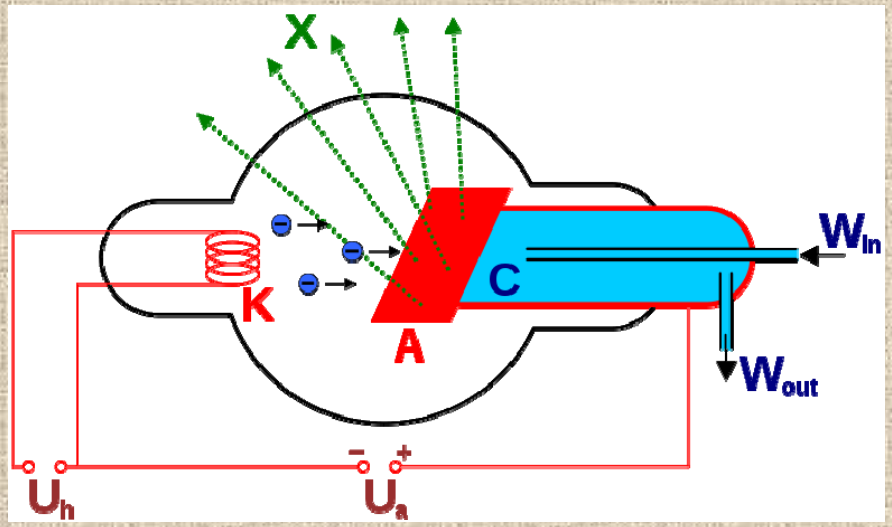
$$\frac{\sin\theta_i}{\sin\theta_t} = \frac{n_2}{n_1}$$

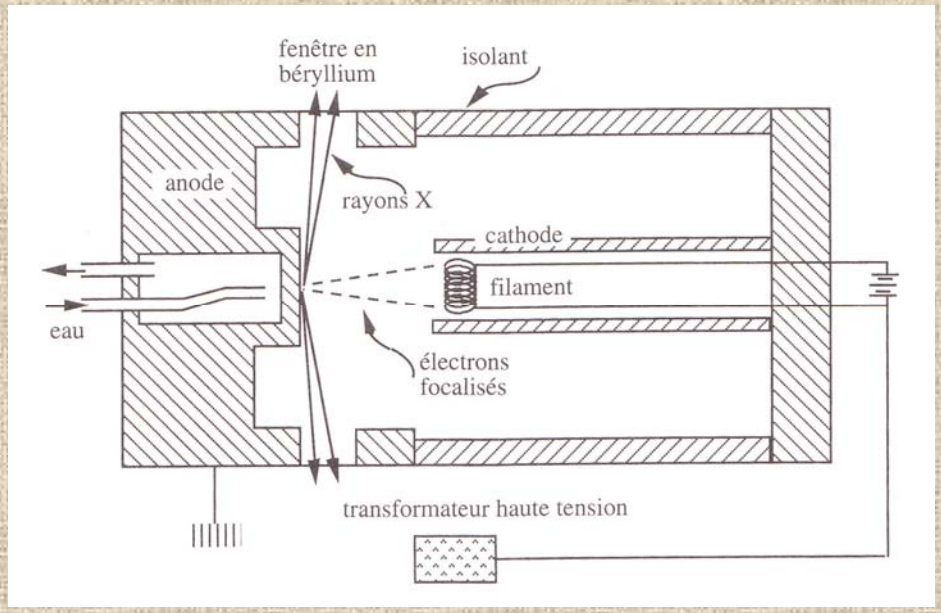
$$R = \left|\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}\right|^2$$

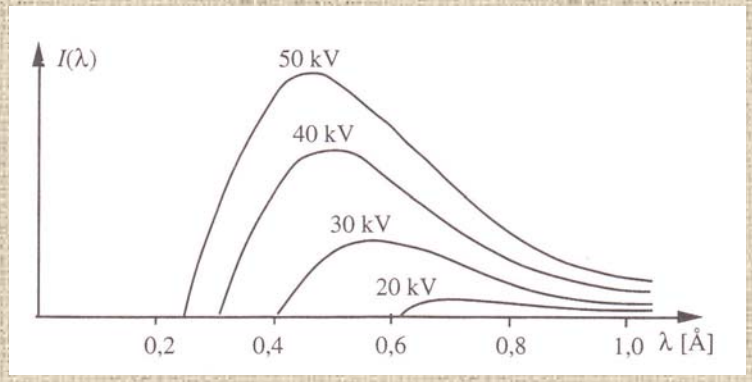
$$T = \frac{4n_1 n_2}{(n_1 + n_2)^2}$$

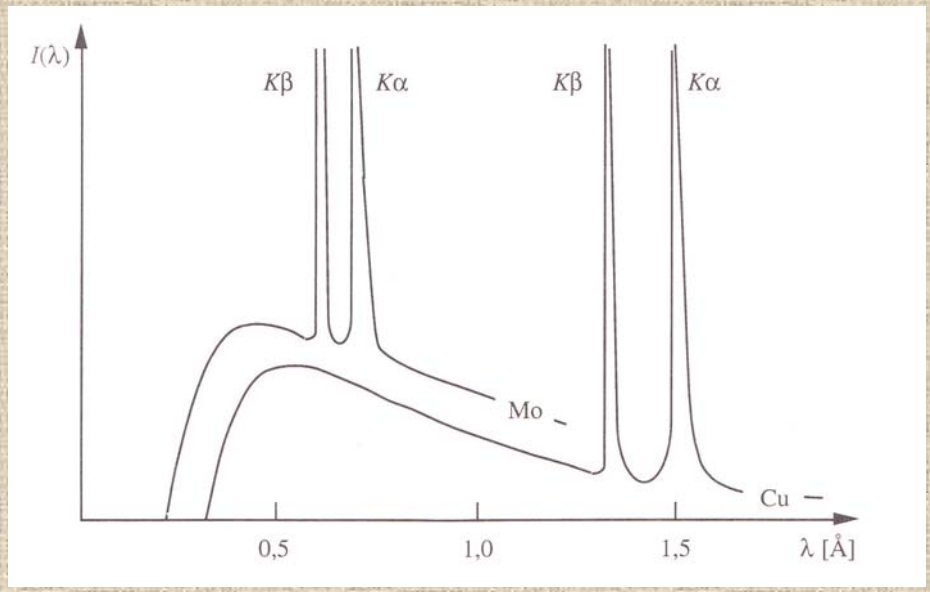
$$\varepsilon = \frac{1}{c^2} = 1 + \chi = n^2$$

Получение рентгеновских лучей и их спектр

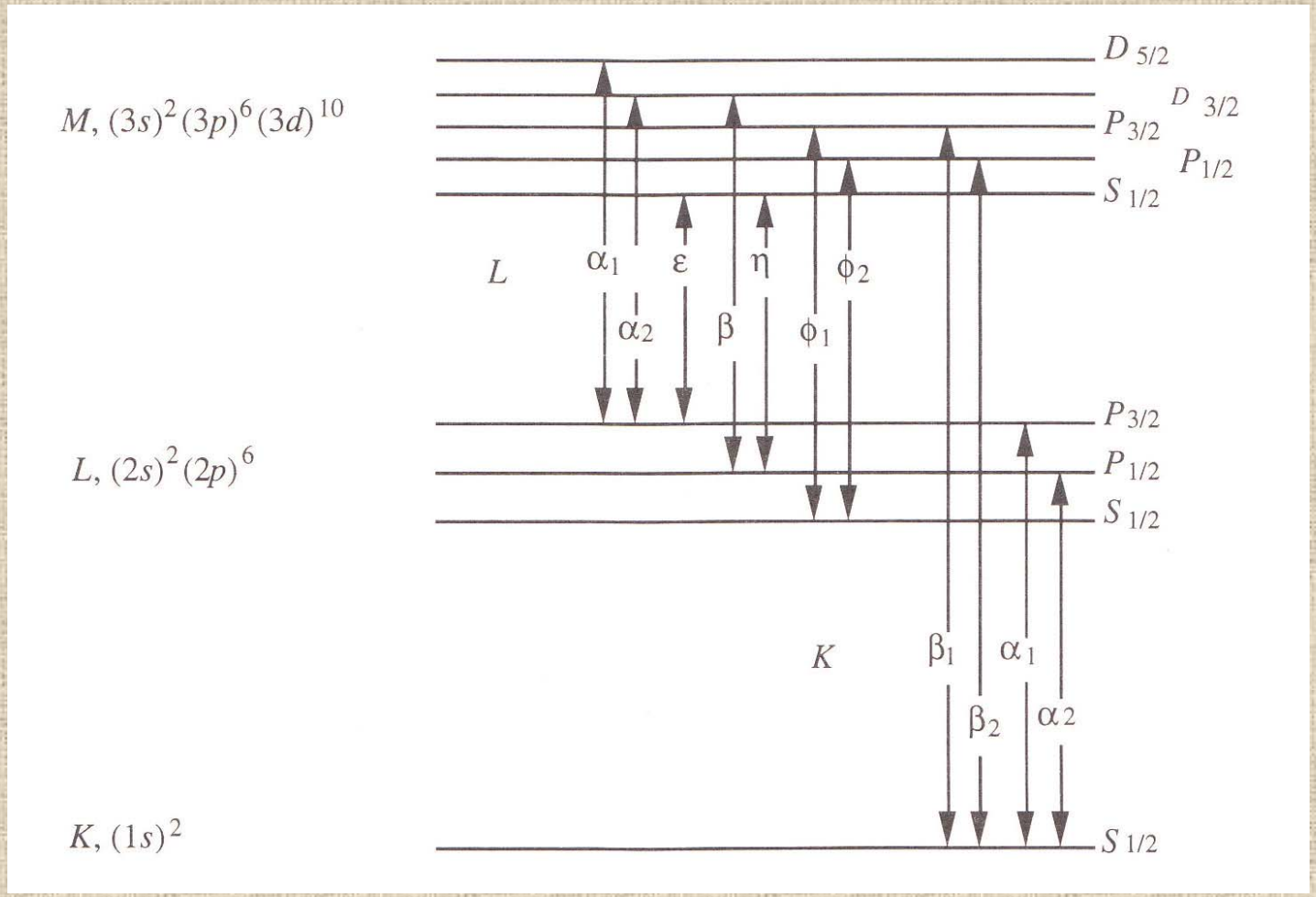








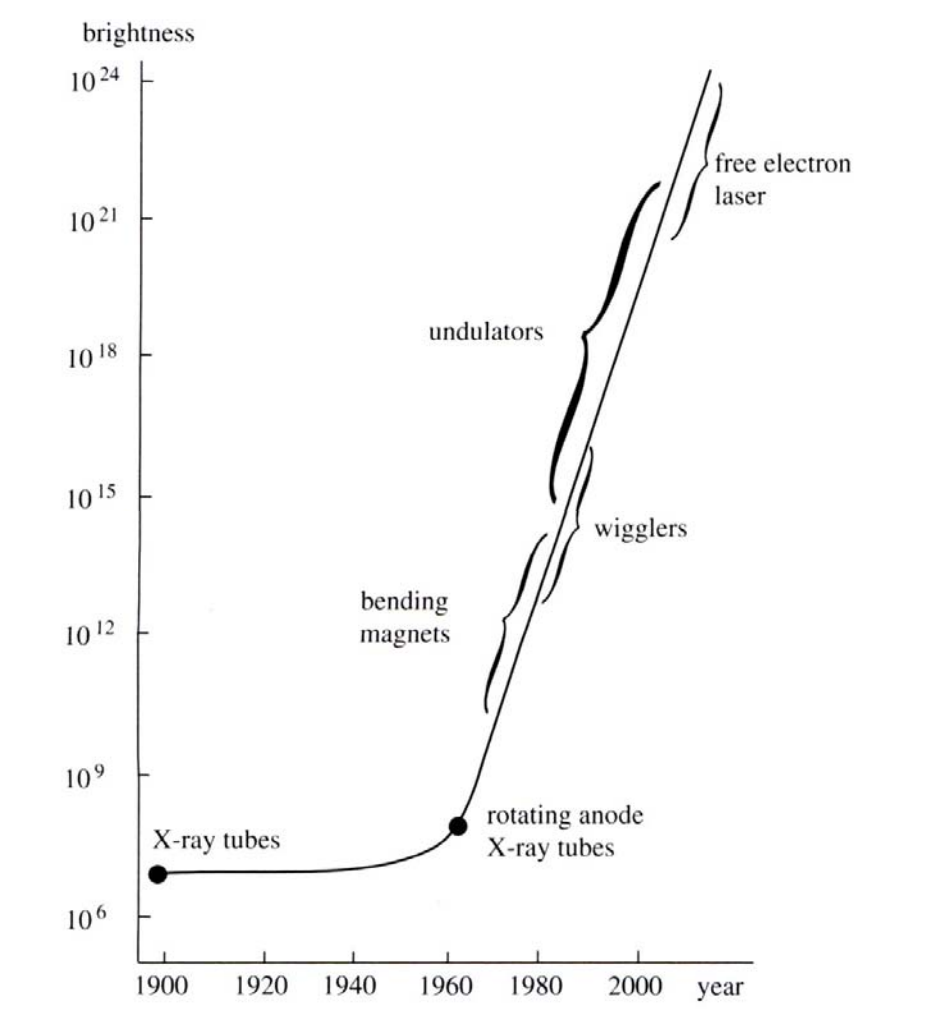
Зонная структура электронных переходов и характеристические линии рентгеновского спектра



НЕКОТОРЫЕ ТИПЫ МОЩНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ АППАРАТОВ С ВРАЩАЮЩИМИСЯ АНОДАМИ

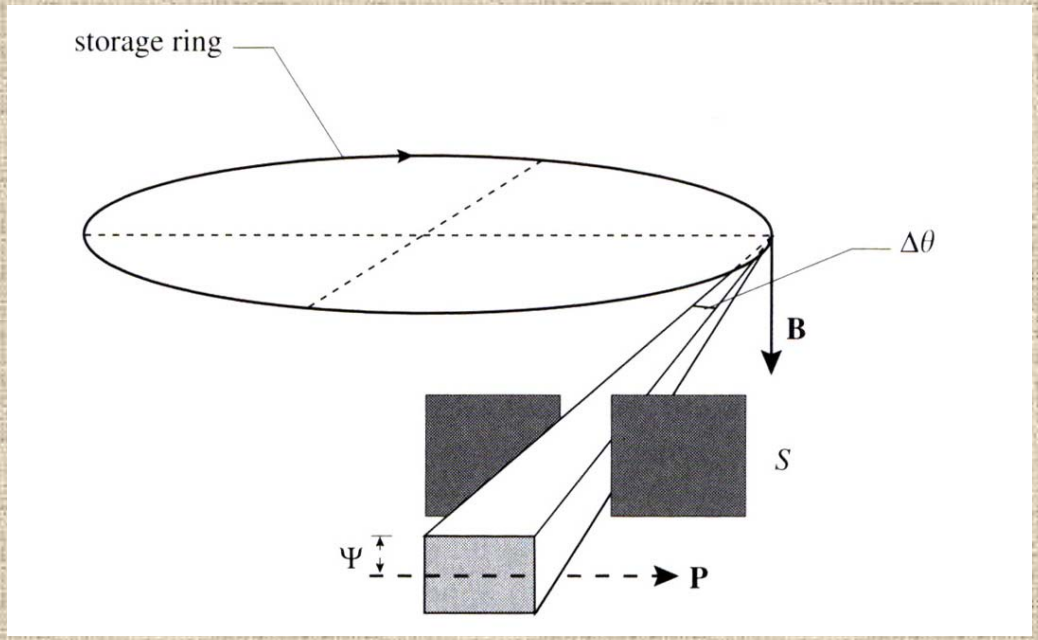
Тип прибора	Размер фокуса, мм	Ток трубки, mA	Напряжение на трубке, кВ
RU-200P (Ригаку, Япония)	0,05x10	200	60
	0,5x1		
	0,01x1	10	60
	0,1x0,1		
RU-500 (Ригаку, Япония)	0,05x10	500	60
	0,5x1		
	0,015x2	45	60
	0,15x0,2		
RU-1000 (Ригаку, Япония)	0,1x10	1000	60
	1x1		
	0,015x2	65	60
	0,15x0,2		
GX-21 Marconi, Elliot	0,5x10	300	60
	0,1x1,0	40	60
АРТВА-5 (СССР)	0,5x5,0	200	50
	0,3x3,0		
АРТВА-2 (СССР)	0,2x2	80	60
	0,1x1		

Яркость рентгеновских источников в фотонах /сек^{2}мм^{2}мрад^2, как функция времени



Winick H., (1998) J.Synchrotron Rad.,5, 168-76

Синхротронное излучения испускаемое релятивистскими электронами движущимися вдоль кольцевой орбиты



$$P = \frac{2}{3}\frac{e^2 c}{R^2}\cdot\left(\frac{v}{c}\right)^4 \gamma^4$$

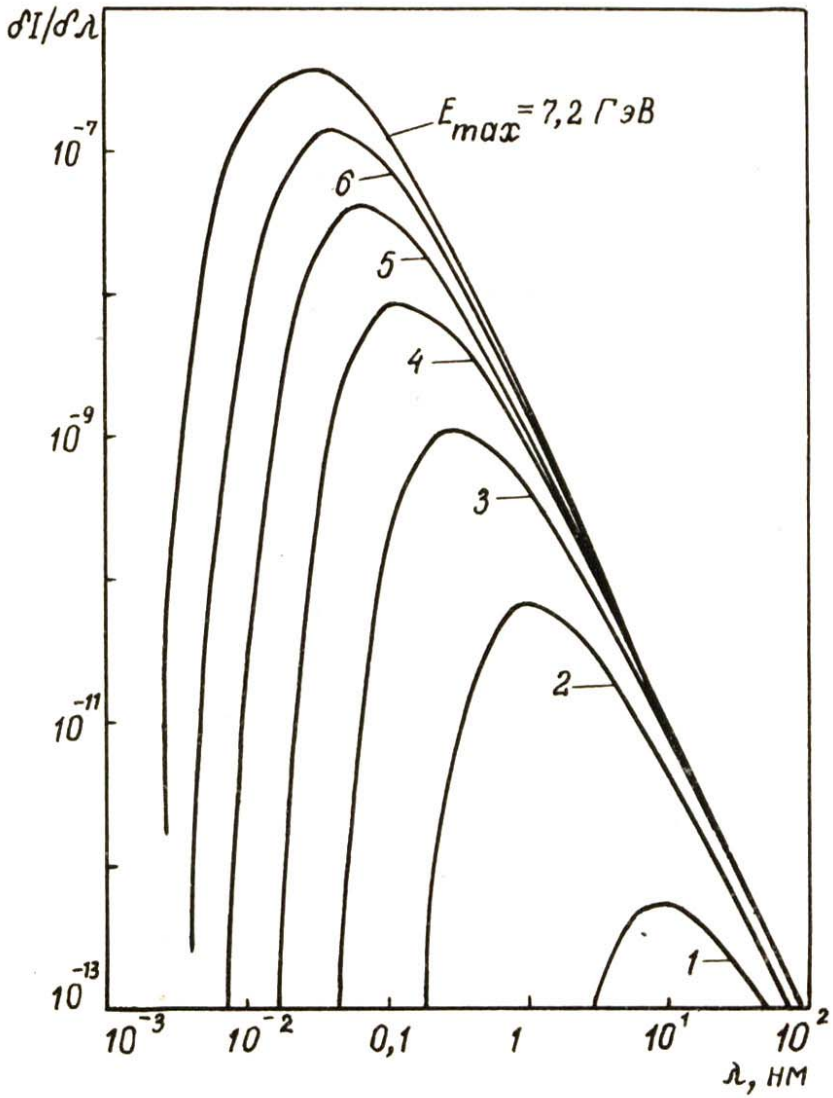
$$B = \frac{m\gamma c}{R\,\mathrm{e}} \qquad \gamma = \frac{E}{mc^2}$$

$$2\Psi \approx 2\gamma^{-1}$$

$$\lambda_c = \frac{4}{3}\pi R\gamma^{-3}$$

$$b = 1.327\cdot 10^{13}\cdot E^2\cdot I\cdot H\left(\frac{\lambda_c}{\lambda}\right)$$

P- мощность рентгеновского излучения
R – радиус орбиты электронов
v – скорость электронов
E – энергия электронов
c – скорость света
B – напряженность магнитного поля
e – заряд электрона
m – масса электрона
P – Направление вектора поляризации рентгеновского пучка
Ψ– вертикальная расходимость пучка

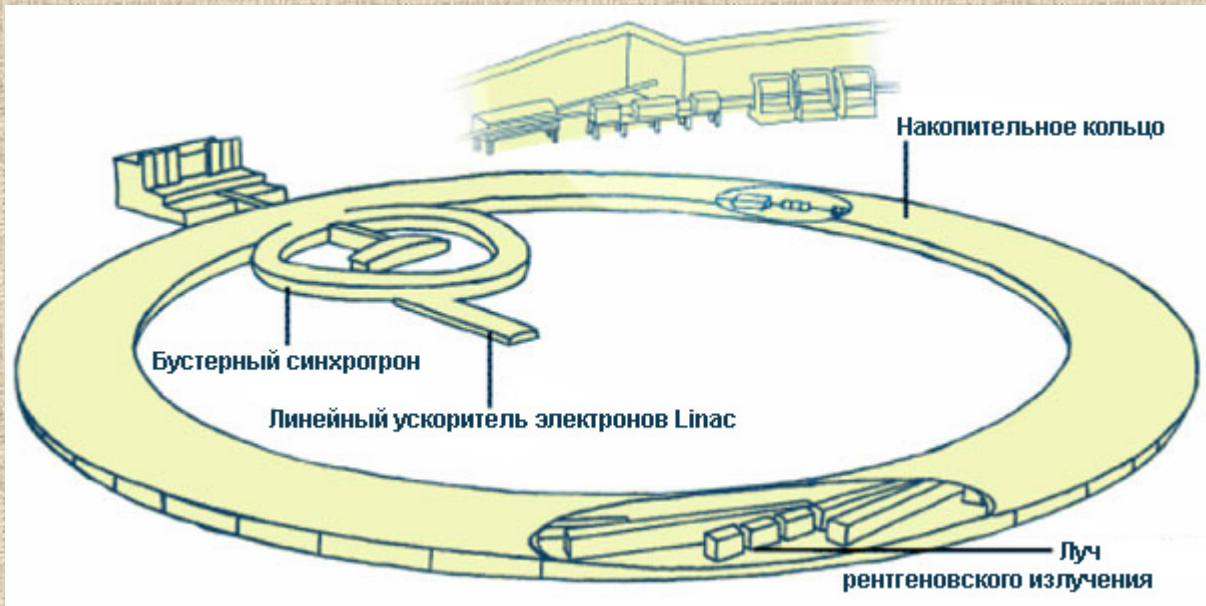


Спектр излучения синхротрона DESY

СИНХРОТРОНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В РЕНТГЕНОВСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

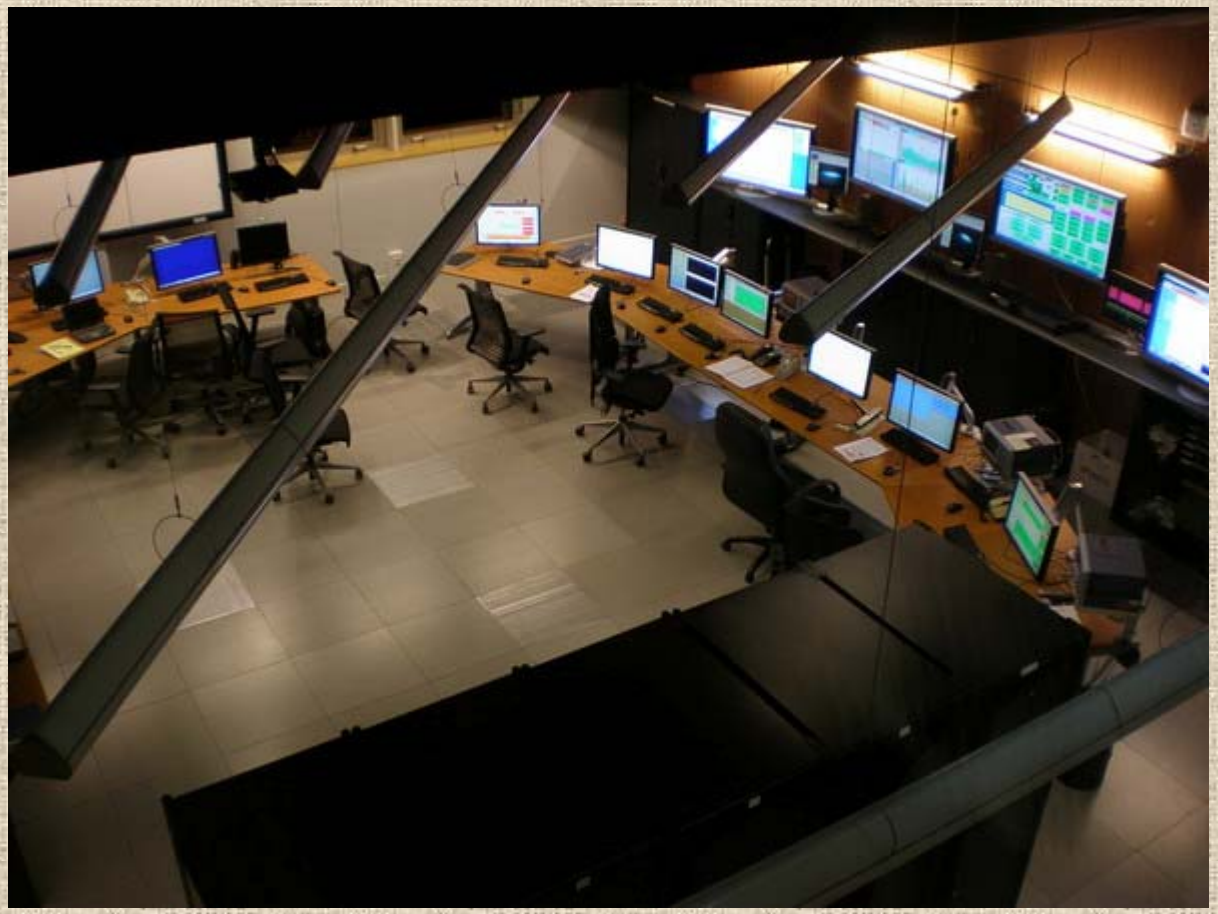
Тип прибора	Энергия, ГэВ	Радиус орбиты	Максимальный ток, мА	Длина волны в максимуме спектрального распределения, нм	Расстояние до экспериментальной установки, м
DESY (Гамбург, ФРГ)	7,5	31,7	45	0,017	40
ESRF, (Гренобль, Франция)	6,0	134		0,015	200
NINA (Доресбург, ФРГ)	5	20	25	0,038	47
SPREAK (Стенфорд, США)	2,7	12,7	200	0,15	14
КИСИ, (Москва, Курчатовский научный ценр)	2,5	19,7	100-300	0,01-200	10
O.C.I. (Орсей, Франция)	1,8	4	500	0,16	14-24
DORIS (Гамбург, ФРГ)	1,7-3,5	12,4	20-600	0,068-0,055	40

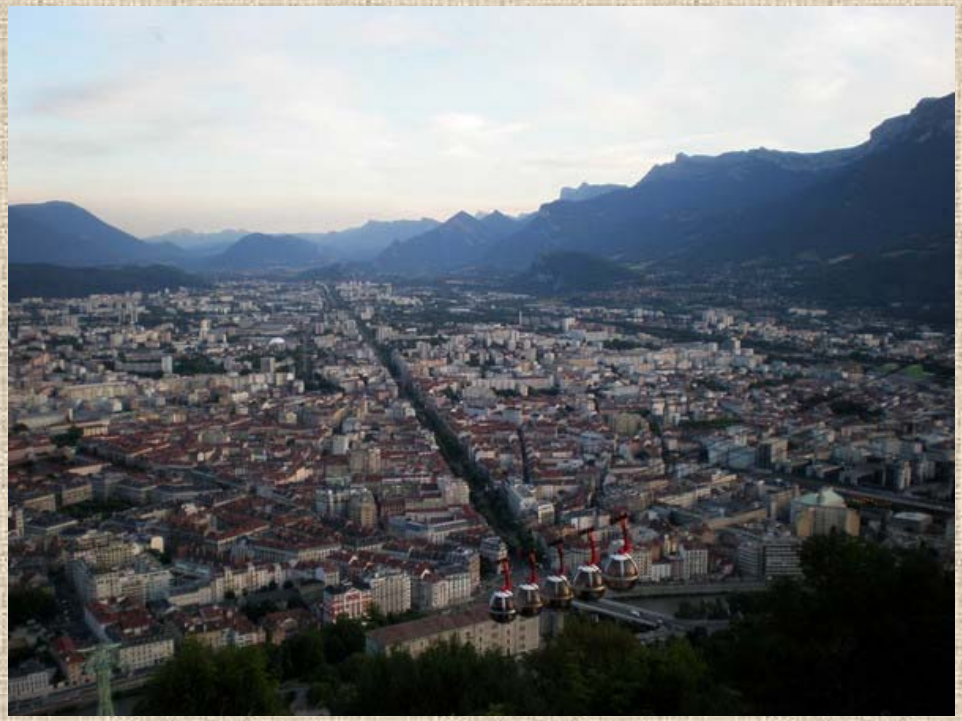
The European Synchrotron Radiation Faciliti (ESRF) in Grenoble, France.

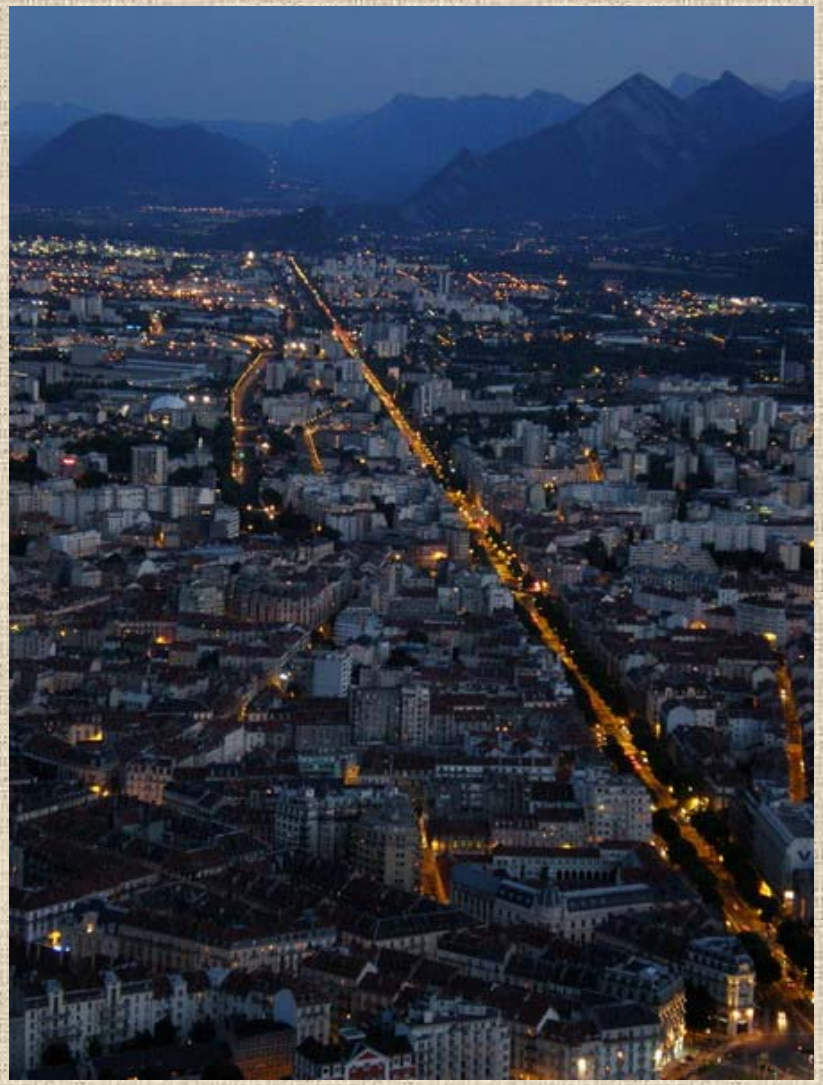


E=6Gev; длина кольца 844 м;

Всего в мире таких устройств около 50.

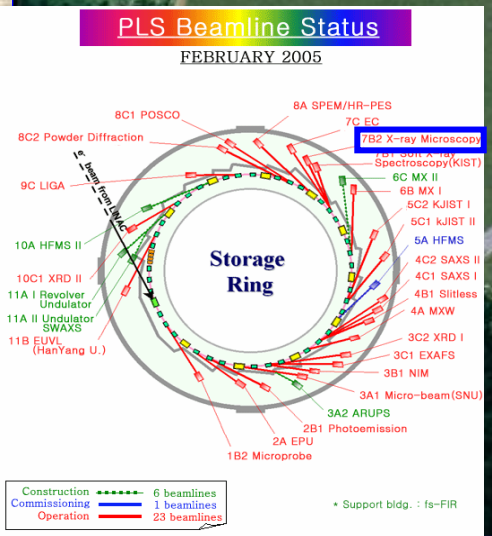






Восемь часов измерений обходятся каждой группе учёных около 4000 евро, а для появления научной публикации нужно работать иногда не одну неделю чистого времени. Можно представить себе стоимость одной такой статьи в журнале, а заодно - во что обходится налогоплательщикам поддержание науки на передовом уровне.

POHANG UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY
포항공대
1986
Creative
Research
Initiatives



Pohang Light Source, Korea

ЦЕРН (*CERN*) — Европейская организация по ядерным исследованиям, крупнейшая в мире лаборатория физики высоких энергий. Также иногда переводится как *Европейский Центр ядерных исследований*.
Аббревиатура CERN произошла от фр. *Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire* (*Европейский совет по ядерным исследованиям*).

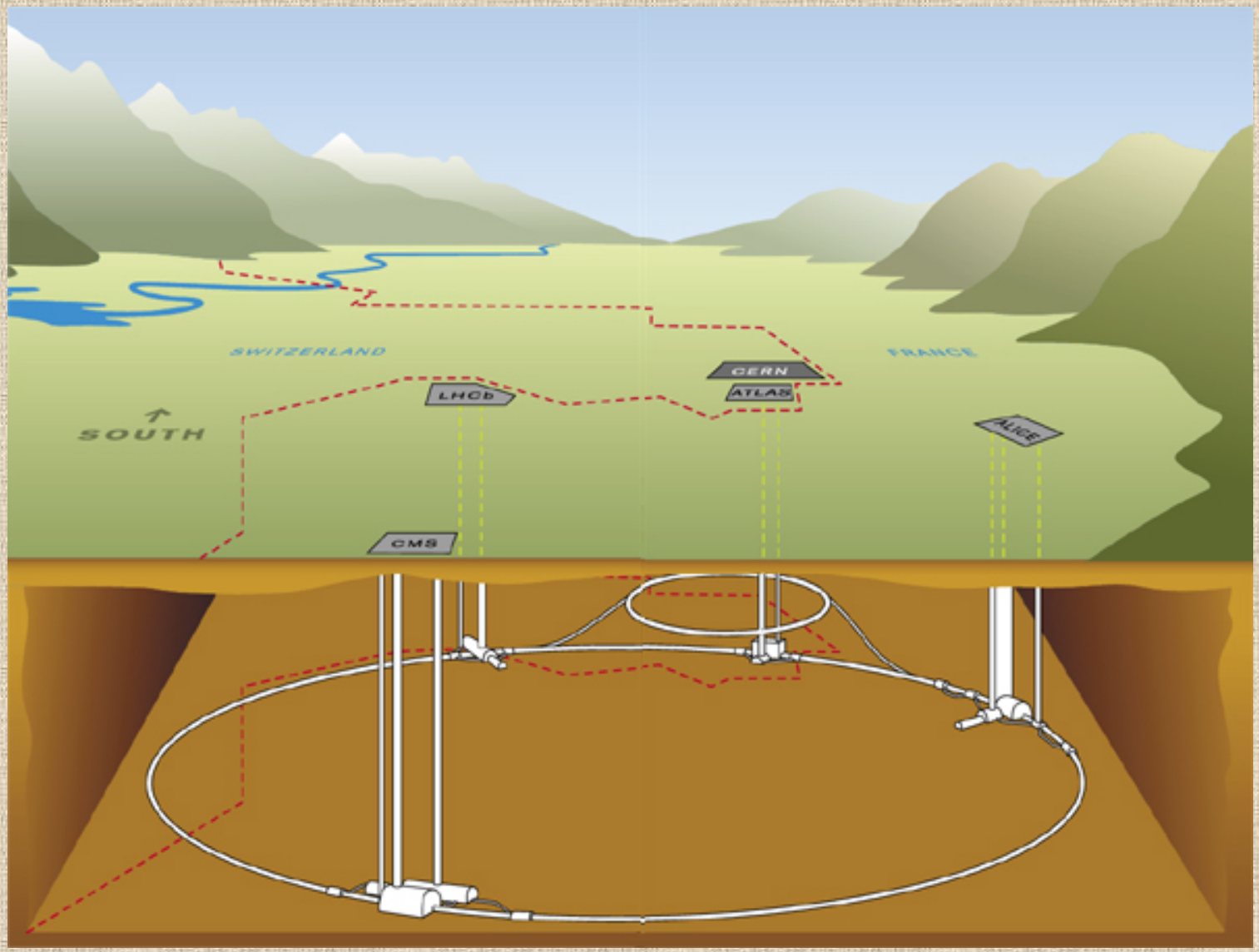
История создания ЦЕРНа

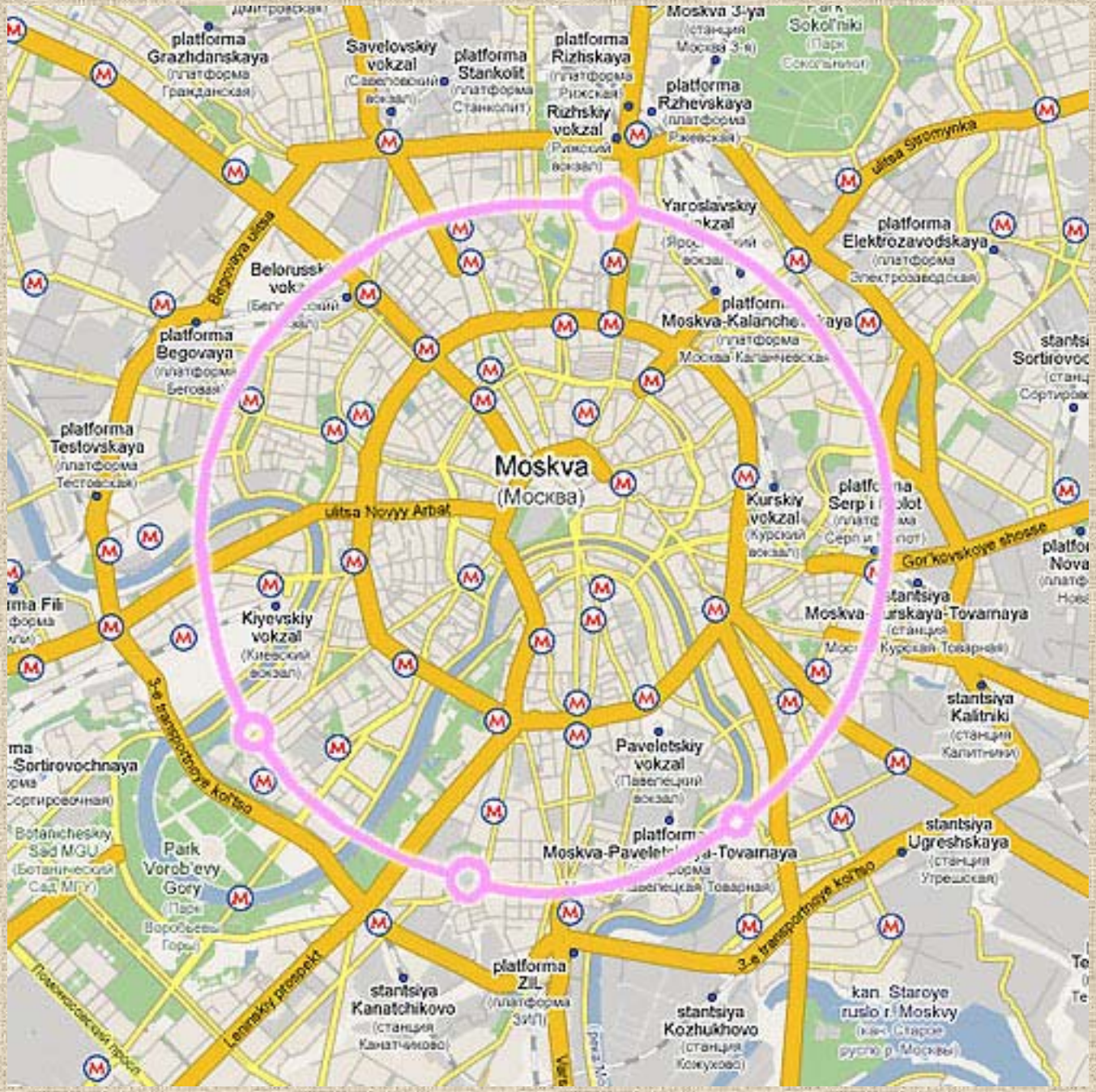
После успеха международных организаций в урегулировании послевоенных проблем, ведущие европейские физики считали, что подобная организация необходима и для физических экспериментальных исследований. Этими пионерами были Рауль Дотри, Пьер Оже и Лев Коварски во Франции, Эдуардо Амальди в Италии и Нильс Бор в Дании. Кроме объединения европейских учёных подобная организация была призвана разделить возрастающую стоимость физических экспериментов в области физики высоких энергий между государствами-участниками. Луи де Бройль официально предложил создать европейскую лабораторию на Европейской культурной конференции (Лозанна, Швейцария, 1949). Следующий толчок был сделан американским нобелевским лауреатом Исидором Раби в июне 1950 года на пятой Общей конференции ЮНЕСКО во Флоренции (Италия), где он предложил «помочь и поддержать создание региональных исследовательских лабораторий для увеличения международного научного сотрудничества». На межправительственной встрече ЮНЕСКО в Париже в декабре 1951 года, было принято решение о создании Европейского совета по ядерным исследованиям. Двумя месяцами позже 11 стран подписало соглашение о создании временного Совета, тогда и возникло название ЦЕРН. На третьей сессии временного Совета в октябре 1952 года в Женеве Швейцария была выбрана для размещения будущей лаборатории. В июне 1953 года в кантоне Женева прошёл референдум, на котором 2/3 проголосовавших согласились на размещение научного центра. Конвенция Совета была подписана постепенно 12 (странами-участницами). 29 сентября 1954 года соглашение подписали Франция и Германия, родилась Европейская организация по ядерным исследованиям, Совет распался, но французский акроним CERN сохранился.

Большой адронный колайдер в Церне, Швейцария (вид с вертолета)

Большой адронный колайдер в Церне, Швейцария (вид с вертолета)

Схема располажения кольца большого адронного колайдера




Moskva
(Москва)
platforma Grazhdanskaya
Savelovskiy vokzal
platforma Stankolit
platforma Rizhskaya
Rizhskiy vokzal
platforma Rzhevskaya
Moskva 3-ya
Sokol'niki
ulitsa Stromynka
Yaroslavskiy vokzal
platforma Elektrozavodskaya
Belorusskiy vokzal
Begovaya ulitsa
platforma Begovaya
platforma Moskva-Kalanchevskaya
platforma Testovskaya
ulitsa Novyy Arbat
Kurskiy vokzal
Gor'kovskoye shosse
Kiyevskiy vokzal
3-e transportnoye kol'tso
Paveletskiy vokzal
stantsiya Kalitniki
Sortirovochnaya
Botanicheskiy Sad MGU
Park Vorob'evy Gory
platforma Moskva-Paveletskaya-Tovarnaya
stantsiya Ugreshskaya
Lenivskiy prospekt
platforma ZIL
stantsiya Kanatchikovo
stantsiya Kozhukhovo

Большой адронный коллайдер

БАК – самый большой и мощный в мире ускоритель заряженных частиц

Система ускорителей

Циркулирующие в коллайдере пучки протонов способны совершать более 10 тысяч оборотов в секунду, сталкиваясь на каждом круге со встречными пучками

Линейные ускорители
- 31,4
- 0,05

Бустерный синхротрон (PSB)
- 91,6
- 1,4
- 50
- 157

Протонный синхротрон (PS)
- 99,93
- 25
- 200
- 628

Ускорительная секция

Чистка пучка

Главное кольцо БАК
- 99,9999991
- 7 000
- 8 600
- 27 000

Сброс пучка

Протонный суперсинхротрон (SPS)
- 99,9998
- 450
- 2 200
- 6 900

Чистка пучка

Основные экспериментальные зоны

Ожидается, что изучение продуктов соударения частиц в БАК даст ответы на важнейшие вопросы теоретической физики

CMS
Исследования различных типов физики (проверка Стандартной Модели, поиски новой физики)
- 38
- 12 500
- 21x15x15
- 220

ATLAS
Поиск сверхтяжелых элементарных частиц, таких как бозон Хиггса
- 35
- 46x25x25
- 7 000
- 320

ALICE
Изучение столкновений тяжелых ионов (реконструкция состояния материи в первые мгновения после Большого Взрыва)
- 31
- 10 000
- 26x16x16
- 100

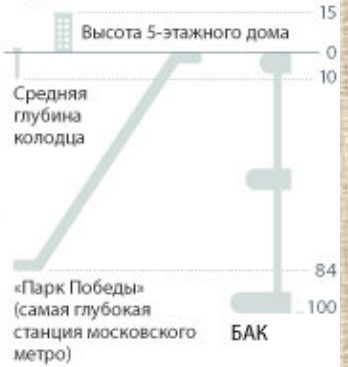
LHCb
Исследование асимметрии материи и антиматерии
- 14
- 21x10x13
- 5 600
- 50

Разрез БАК

- Вакуумные трубки, в которых разгоняются частицы
- Человек
- Магнитная и криогенная оболочка

Общие характеристики

Глубина (в метрах)



Статистика

Годовое энергопотребление
800 000 000 кВт.ч
(годовое энергопотребление города с населением 100-150 тысяч человек)

Годовой объем получаемых данных
15 000 000 Гб
(стопка CD-дисков высотой 20 км)

Стоимость проекта
5 600 000 000 долларов
(больше, чем ВВП Киргизии или Таджикистана)

Условные обозначения:
- – скорость протонов, % от скорости света
- – энергия, ГэВ
- – количество стран-участниц
- – длина/ высота/ ширина, м
- – диаметр, м
- – длина окружности, м
- – вес, т
- – производительность, Мб/сек.

Итоговая скорость частиц на встречных пучках близка к скорости света в вакууме (300 тыс. км/с)

Максимальная расчетная энергия столкновения пучков:
14 000 ГэВ (7000+7000)

РИАНОВОСТИ © 2010

27km

2
A1
HIGH CURRENT
HIGH VOLTAGE
HIGH CURRENT
EXTINCTEUR
MAGNET EMPTY
PHASE OF TEST
EMPTY
CURRENT(A)
TEMPERATURE (K)
PRESSURE (mbar)
VACUUM (mbar)
MAGNET MBB_2334_2
PHASE OF TEST
PTS.3: Powering Corr
CURRENT(A) 0
TEMPERATURE (K) 1.9
PRESSURE (mbar) 1366
VACUUM (mbar) 2E-6
14/Sep /2010 17:28:10

ROCLA

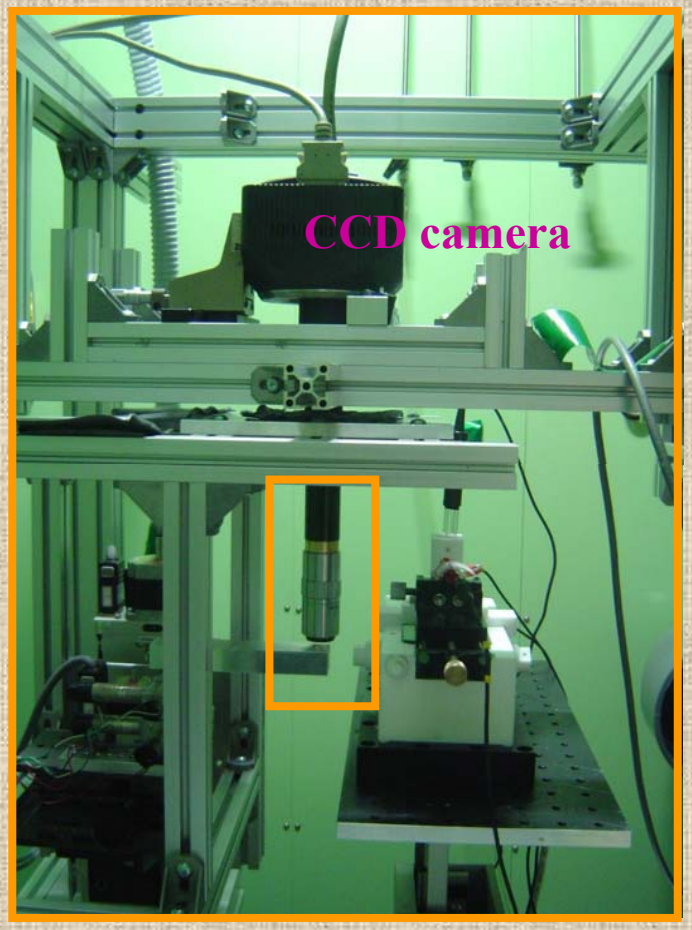
Энергии взаимодействия сталкивающихся пучков составляет 14 ТэВ. Один из вопросов который возможно будет решен этими исследованиями, это вопрос о том, как возникает масса всяких объектов, нас с вами в том числе, из чего состоит Вселенная в целом. Мы знаем, что на сегодняшний день из известных нам частиц состоит всего 4% вселенной, а остальные 96% – это нечто неизвестное (темная материя). В экспериментах, которые планируется проводить на коллайдере, физики надеются ответить, в том числе, и на эти вопросы. Спектр задач там чрезвычайно широк и исследования эти будут продолжаться лет 20 предположительно. На Большом адронном коллайдере будут исследоваться столкновения элементарных частиц (протонов). Ну и просто по определению ничего другого в этих столкновениях, кроме элементарных частиц, родиться не может.

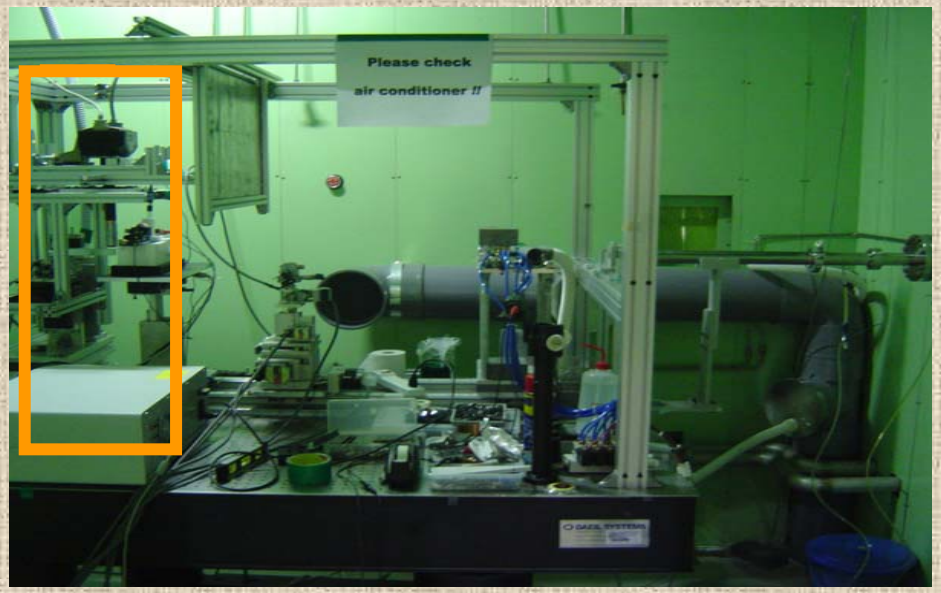
По современным представлениям, вся Вселенная заполнена полем Хигса (бозоны Хигса). Любая частица, которая движется в этом поле, приобретает массу вследствие взаимодействия с этим полем. Без этого поля все частицы в стандартной модели были бы безмассовыми. Все тела, взаимодействуют друг с другом гравитационным полем. Массивные тела искривляют пространство и время. А масса приобретается за счет взаимодействия с полем Хигса. Это два совершенно независимых компонента. Физики мечтают построить единую теорию всех взаимодействий. Вот стандартная модель, она объединяет слабые электромагнитные взаимодействия, и похожим образом устроены сильные взаимодействия. Но есть теории, успешно построенные, но пока экспериментально не подтвержденные, в которых объединены очень красивым образом сильные и слабые электромагнитные взаимодействия все вместе.

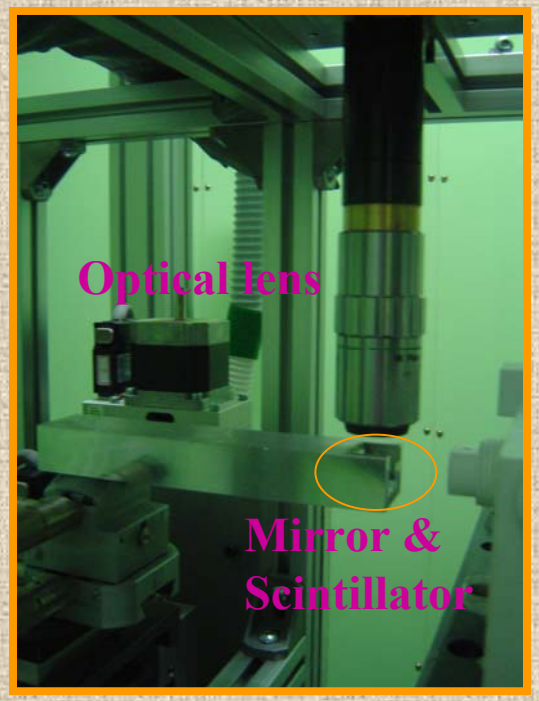
Стоимость проекта более 10 миллиардов долларов США.

2010.09.15 17:38

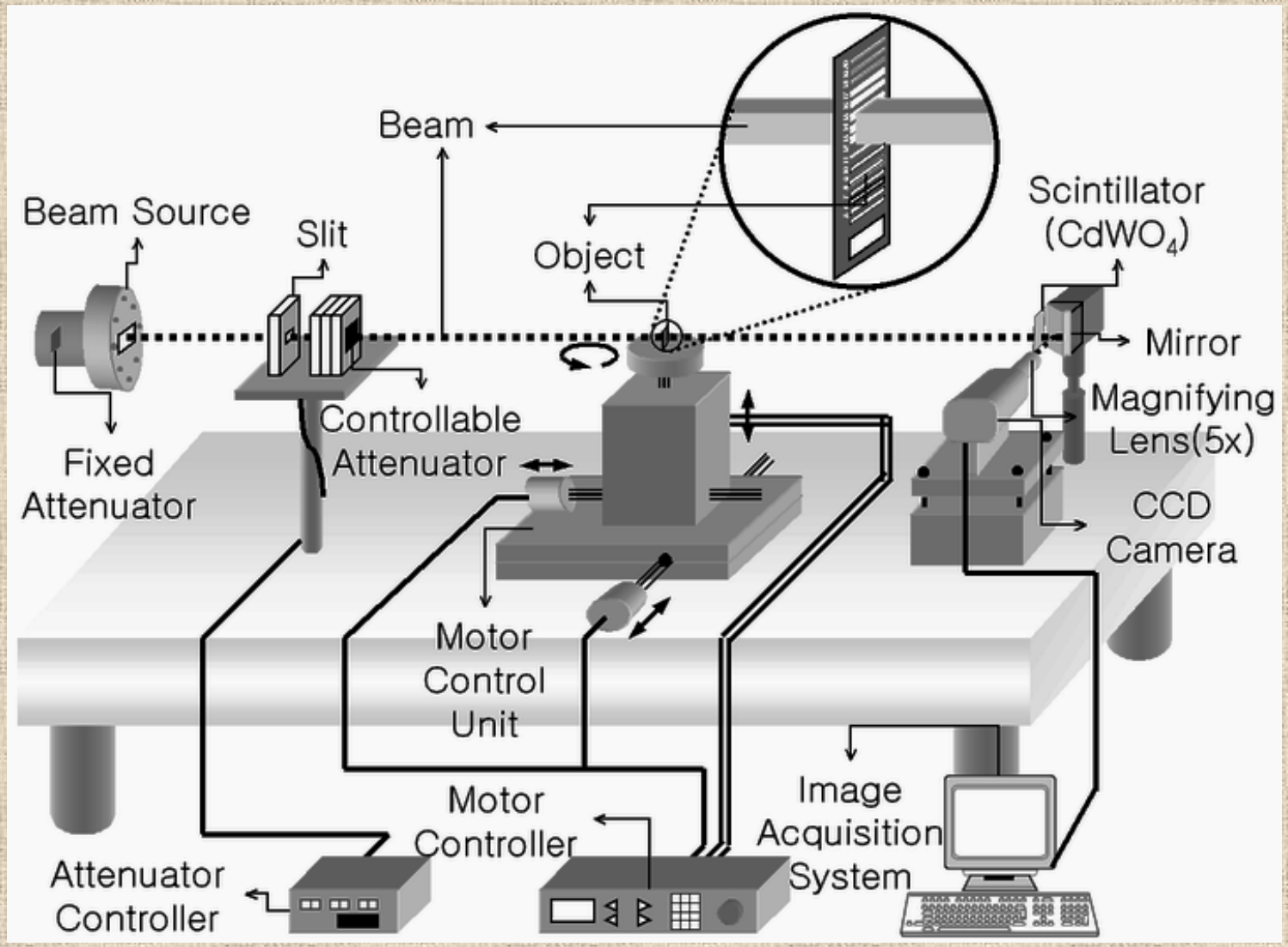
2010.09.17 18:17


CCD camera

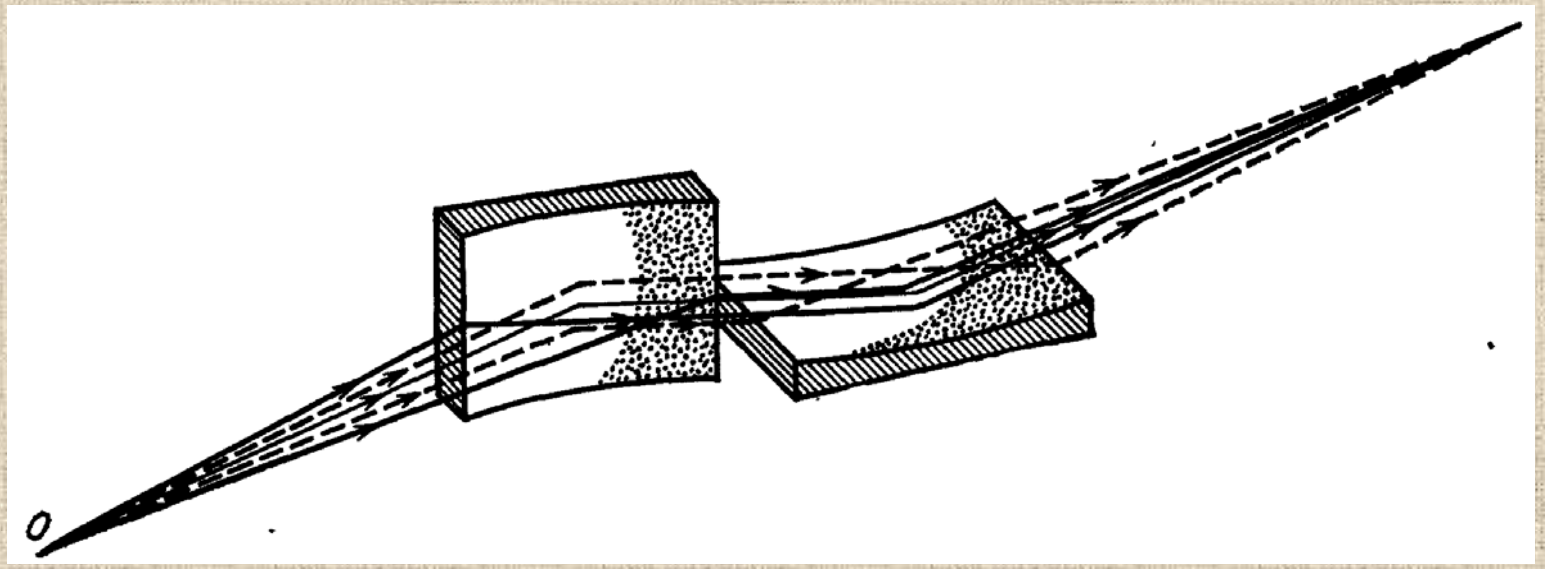

Please check
air conditioner !!


Optical lens
Mirror &
Scintillator

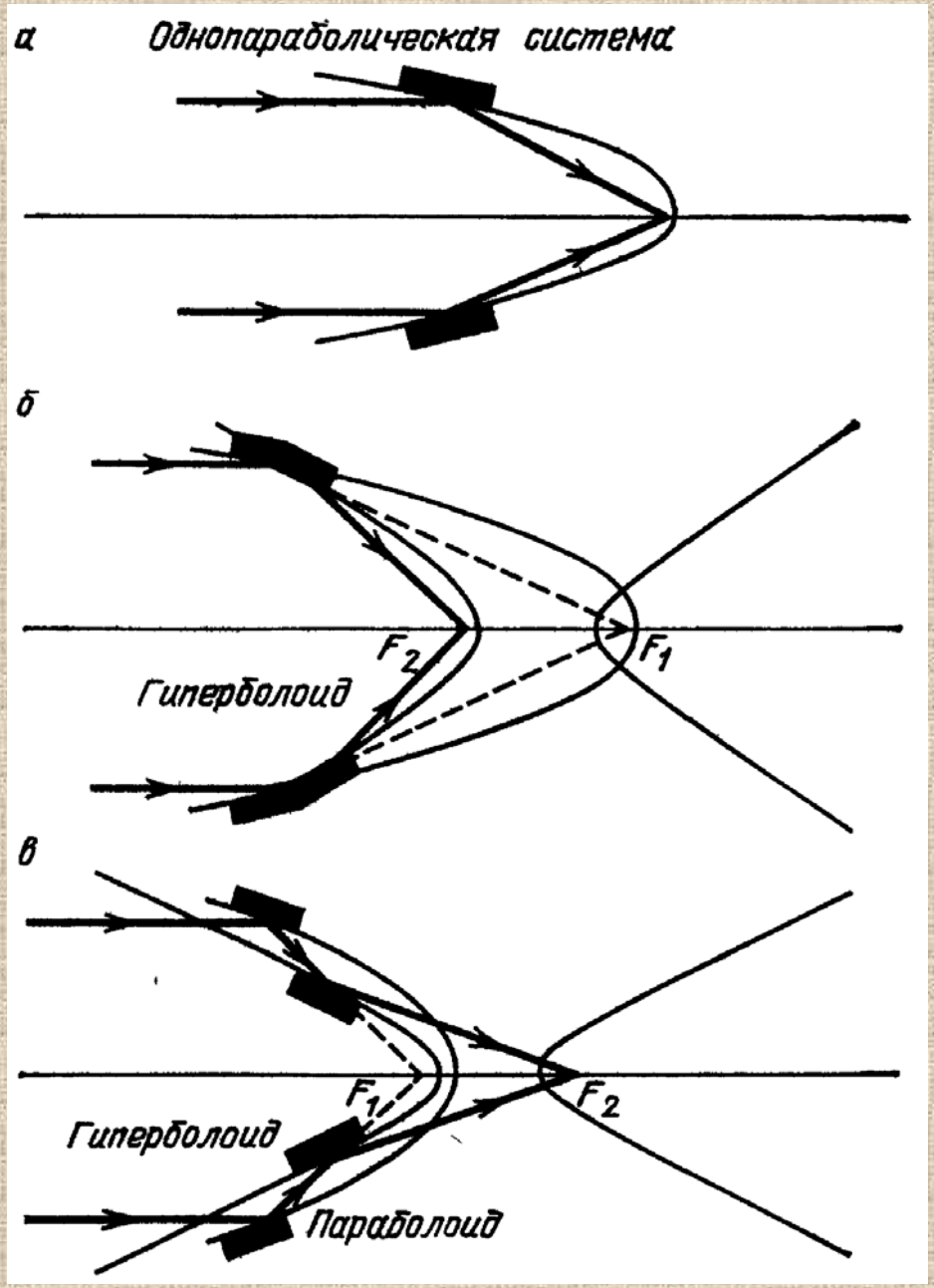
Imaging setup



Фокусирующие системы для рентгеновского диапазона длин волн



Принципиальная схема фокусировки Киркпатрика — Баэца. Оси вращения цилиндрических зеркал взаимно перпендикулярны. Этот микроскоп использовался для получения рентгеновских изображений лазерных термоядерных мишеней.



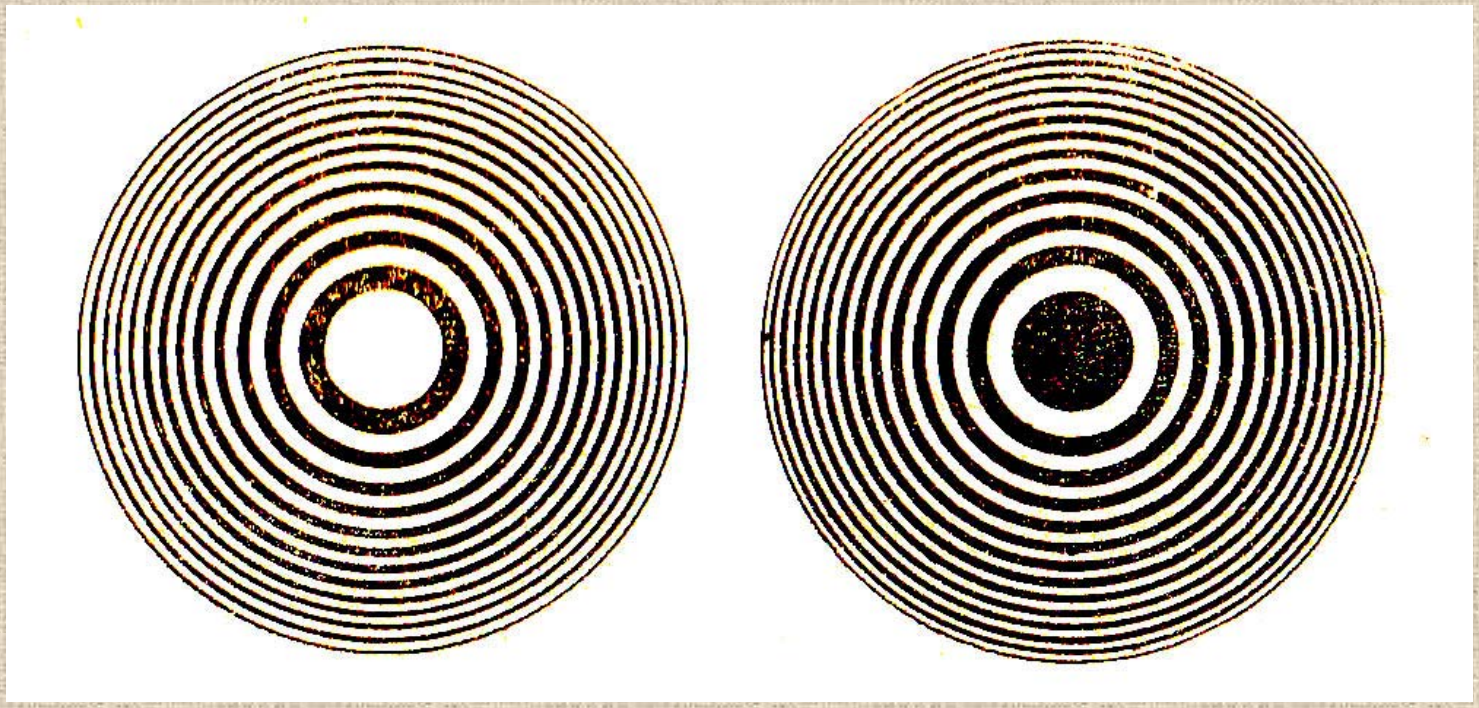
Оптические системы скользящего падения, использующие в качестве отражателей поверхности второго порядка. Ганс Вольтер предложил эти системы для получения рентгеновских изображений.

а — Однопараболоидная система, являющаяся аналогом ньютоновского телескопа нормального падения.

б — Вольтеровская система I рода; Оптическими элементами в ней служат отражающие внутренние поверхности параболоида и гиперболоида.

в—Вольтеровская система II рода; оптическими элементами в ней служат отражающие внутренняя поверхность параболоида и внешняя поверхность гиперболоида

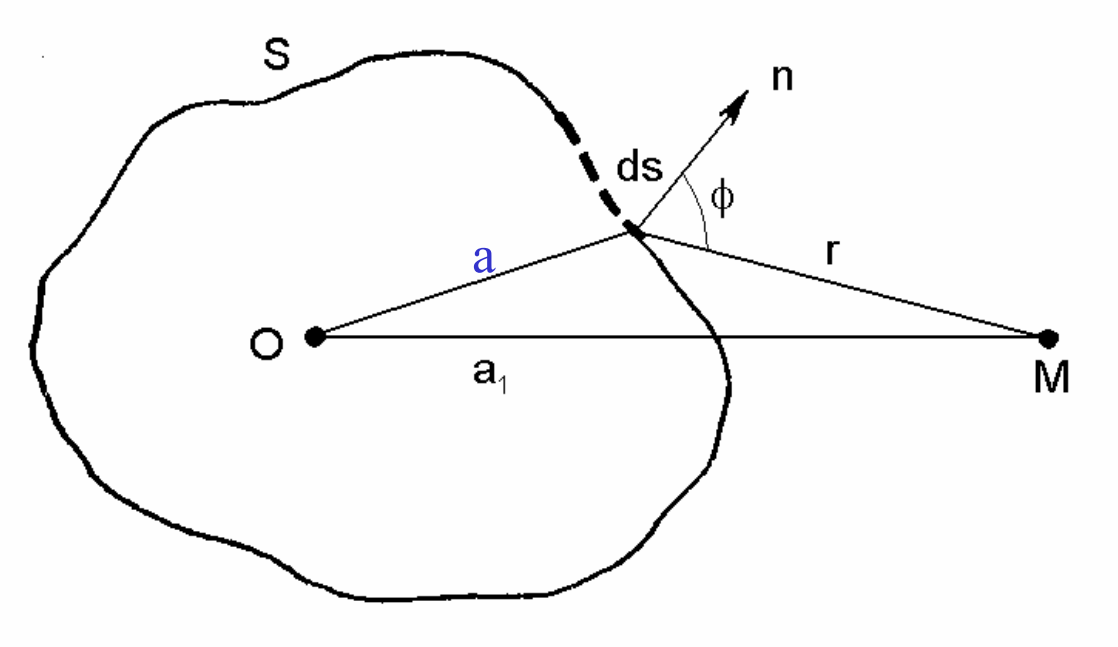
Зонные пластики Френеля



а б

а) - открыты четные зоны;
б) – открыты нечетные зоны

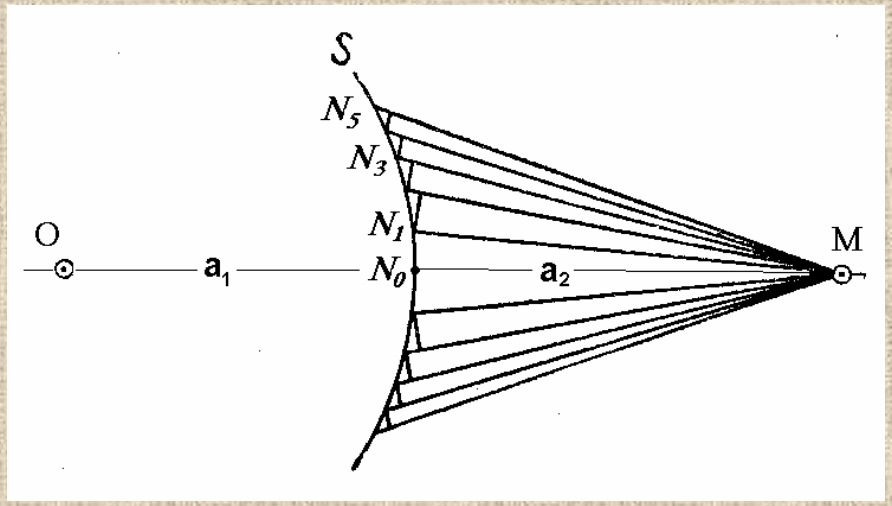
Принцип ГЮЙГЕНСА-ФРЕНЕЛЯ



$$dE = K(\varphi)\cdot\left(\frac{E_0 e^{ika}}{a}\right)\cdot e^{ikr}\cdot ds$$

$$E_M = \iint_S K(\phi)\cdot\left(\frac{E_0 e^{ika}}{a}\right)\cdot e^{ikr}\cdot ds$$

$$K(\phi) = \begin{cases} K_{\max}, \phi = 0 \\ 0, \phi = \pi/2 \end{cases}$$

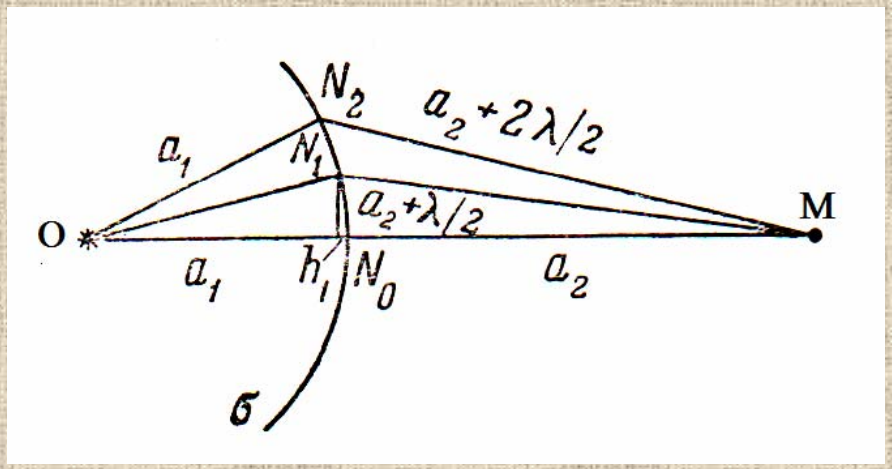


$$N_1M = a_2 + \frac{\lambda}{2};\ N_2M = a_2 + 2\frac{\lambda}{2};\ldots\ldots$$

$$a_1^{\,2} - (a_1 - h_1)^2 = (a_2 + \lambda/2)^2 - (a_2 + h_1)^2$$

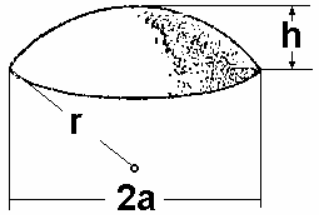
Так как

$$\lambda^2 \square\ a_1, a_2$$



$$h_1 \approx \frac{a_2}{a_1 + a_2} \cdot \frac{\lambda}{2}$$

$$S = 2\pi a_1 h_1 = \frac{\pi a_1 a_2}{a_1 + a_2} \cdot \lambda$$

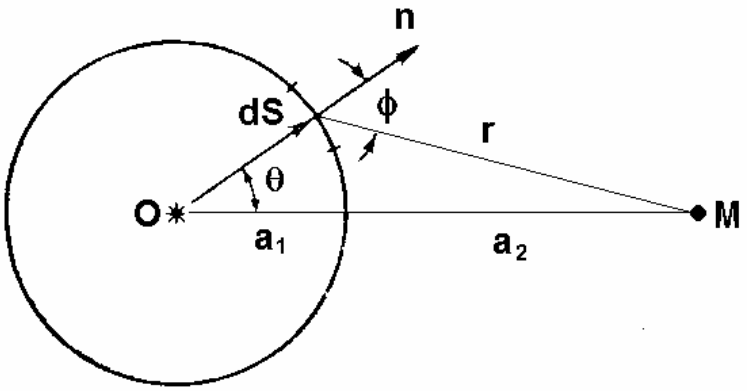


$$S = 2\pi rh$$

$$(a_2 + \lambda/2) \Rightarrow (a_2 + 2\lambda/2) \Rightarrow (a_2 + 3\lambda/2) \Rightarrow \ldots$$

$$S_{\Sigma n} = n\pi \cdot \frac{a_1 a_2}{a_1 + a_2} \cdot \lambda$$

$$r_n = \sqrt{n \cdot \lambda \cdot \frac{a_1 a_2}{a_1 + a_2}}$$



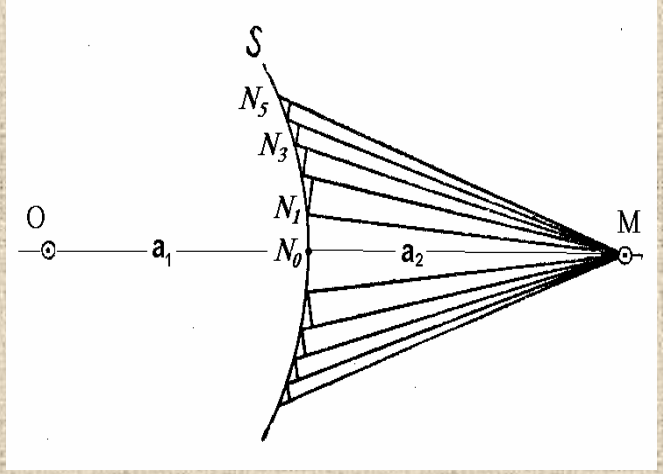
$$r = a_1 + \left(a_1 + a_2\right)^2 - 2a_1\left(a_1 + a_2\right) \cdot \cos\theta$$

$$rdr = a_1\left(a_1 + a_2\right) \cdot \sin\theta d\theta$$

$$dS = a_1{}^2 \sin\theta d\theta d\varphi = \frac{a_1}{a_1 + a_2} rdrd\varphi$$

$$E_{0,n} = 2\pi \frac{E_0 e^{ika_1}}{a_1 + a_2} K_n\left(\phi\right) \int_{a_2 + (n-1)\lambda/2}^{a_2 + n\lambda/2} e^{ikr} dr =$$

$$= 2i\lambda\left(-1\right)^{n+1} K_n\left(\phi\right) \frac{E_0 e^{ik\left(a_1 + a_2\right)}}{a_1 + a_2}$$



$$N_1M - N_0M = N_2M - N_1M = N_3M - N_2M = \ldots \lambda / 2$$

$$E_0 > E_1 > E_2 > \ldots > E_n$$

$$K(\phi) = \begin{cases} K_{\max}, \phi = 0 \\ 0, \phi = \pi / 2 \end{cases}$$

$$E_M^{\Sigma} = E_0 - E_1 + E_2 - E_3 + E_4 - E_5 + \ldots =$$

$$= E_0 - (E_1 - E_2) - (E_3 - E_4) - (E_5 - E_6) - \ldots$$

$$S = 2\pi a_1 h_1 = \frac{\pi a_1 a_2}{a_1 + a_2} \cdot \lambda$$

$$E_M^{\Sigma} < E_0$$

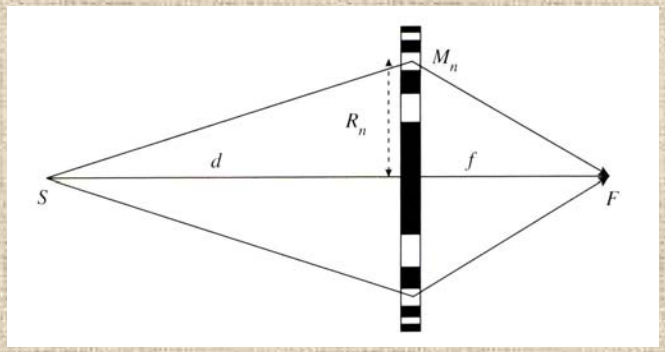
$\lambda \approx 5 \cdot 10^{-5} sm$

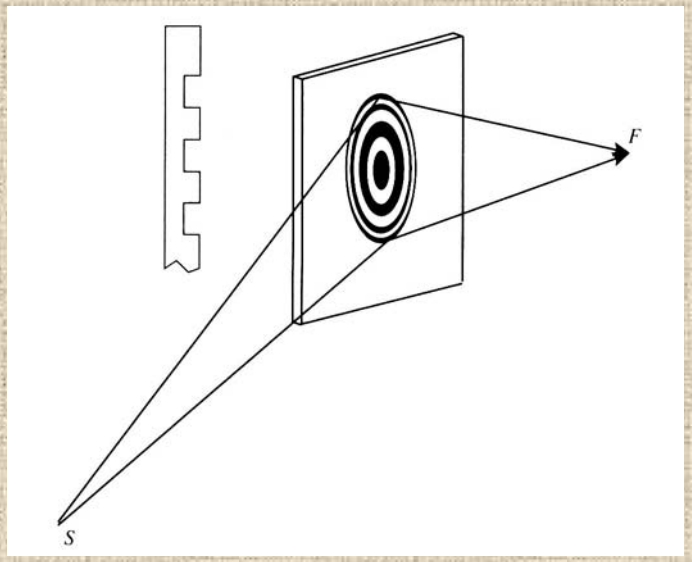
$a \approx 1m$

$S \approx 1mm^2$

!!!!!!

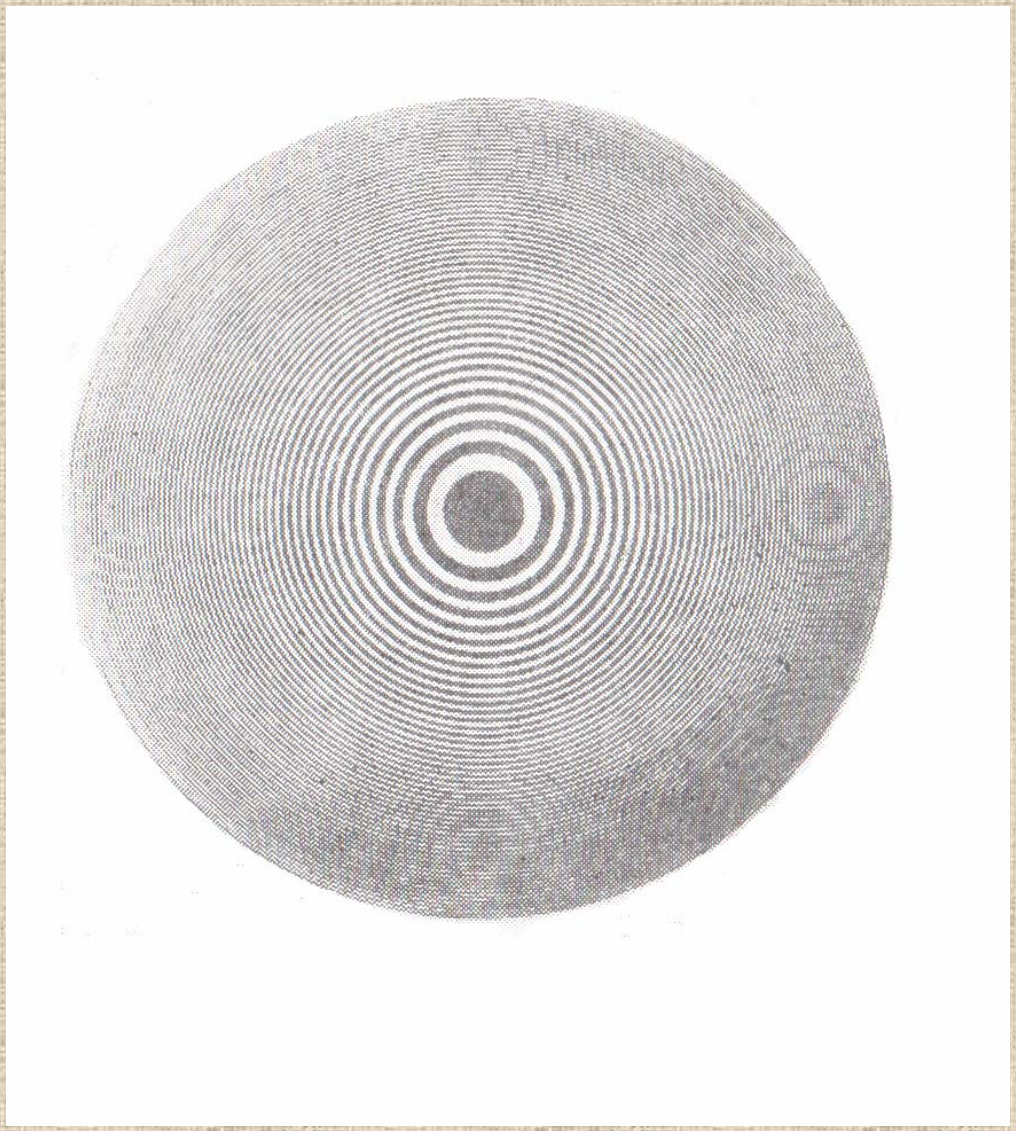
Зонные пластинки Френеля

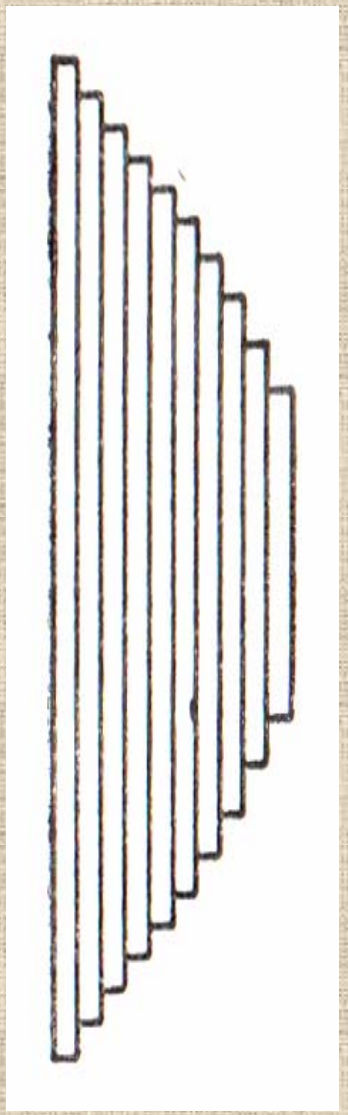




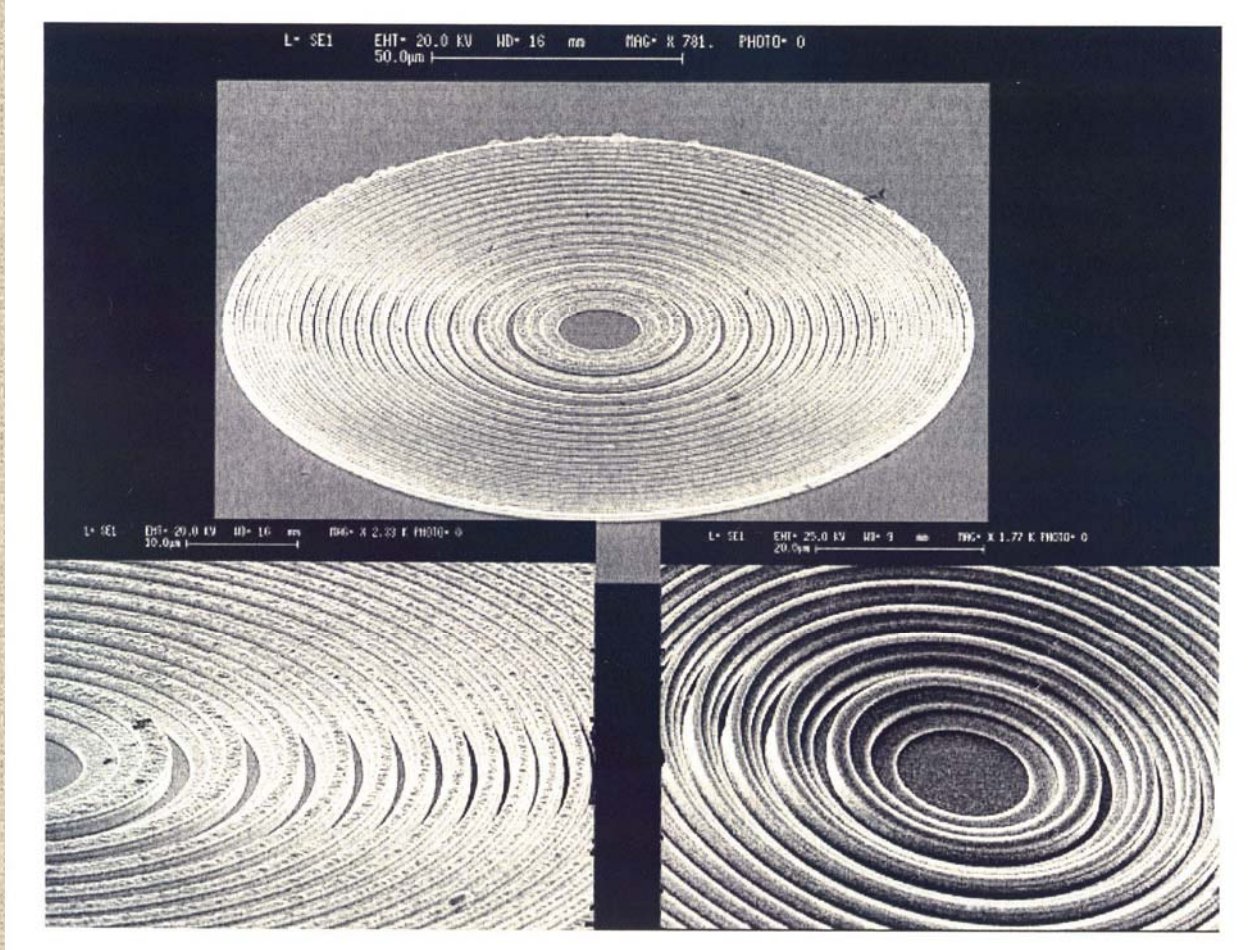
$$R_n = \sqrt{n\lambda \cdot \frac{df}{d+f}}$$

$$R_n \approx \sqrt{n\lambda f}$$

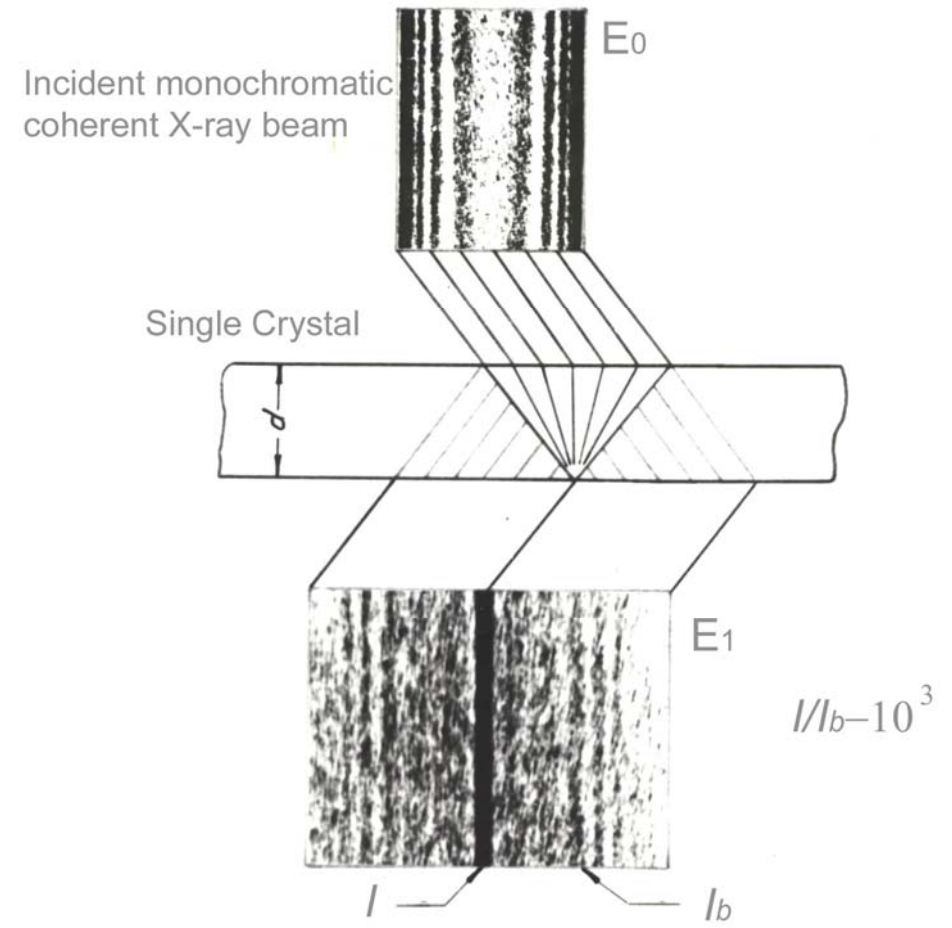




Изображение центральных зон 4-х уровневой кольцевой Зонной пластинки в растровом электронном микроскопе



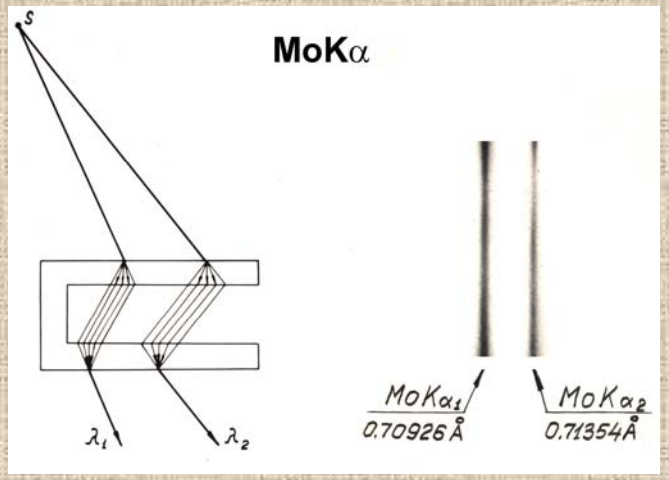
Focusing of the Modulated Wave by Law Definite at Diffraction on the Perfect Crystal

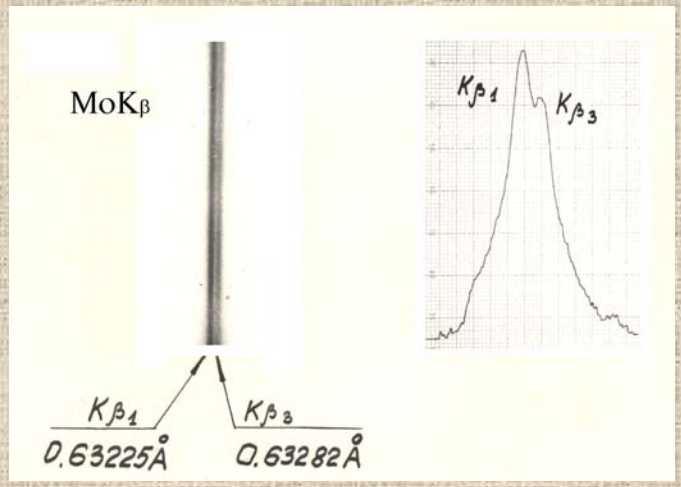


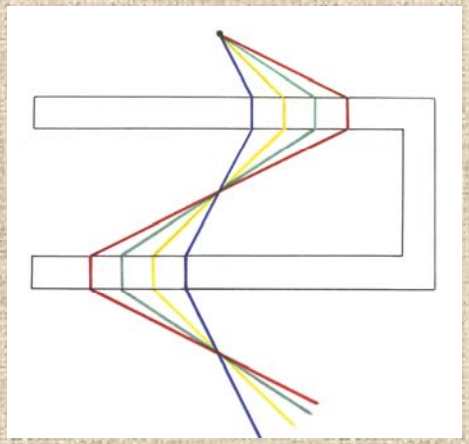
Э.В.Суворов, В.И.Половинкина. Письма в ЖЭТФ,20,5,326-329,1974.
В.Л.Инденбом, Э.В.Суворов, И.Ш.Слободецкий, ЖЭТФ,71,19.0,359-369,1976.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Примеры использования динамической дифракционной фокусировки рентгеновского излудения

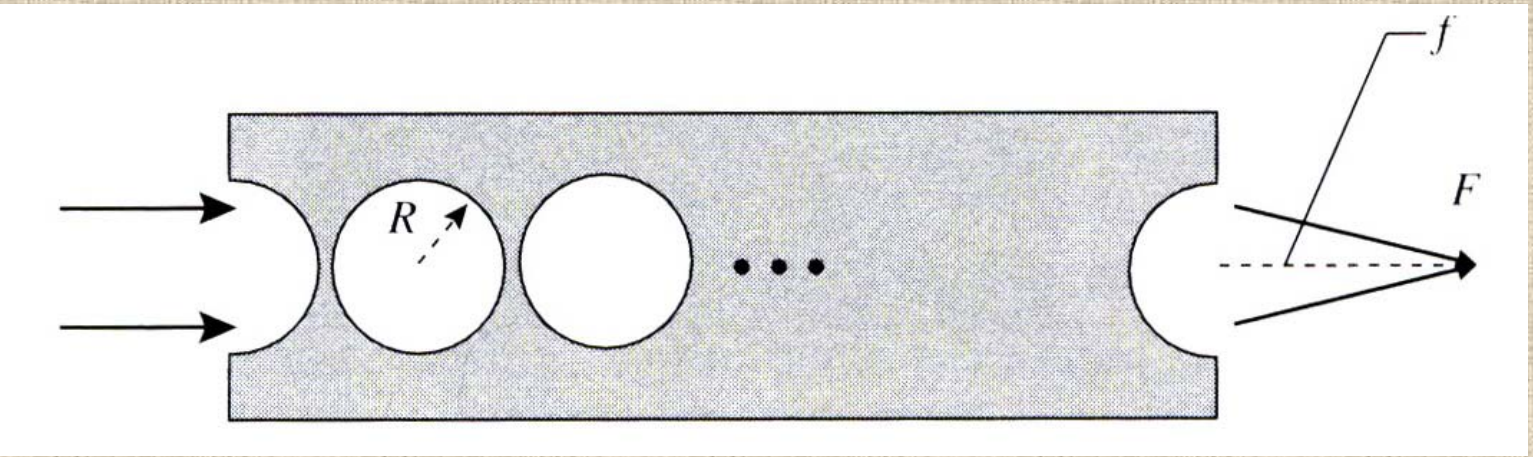






ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

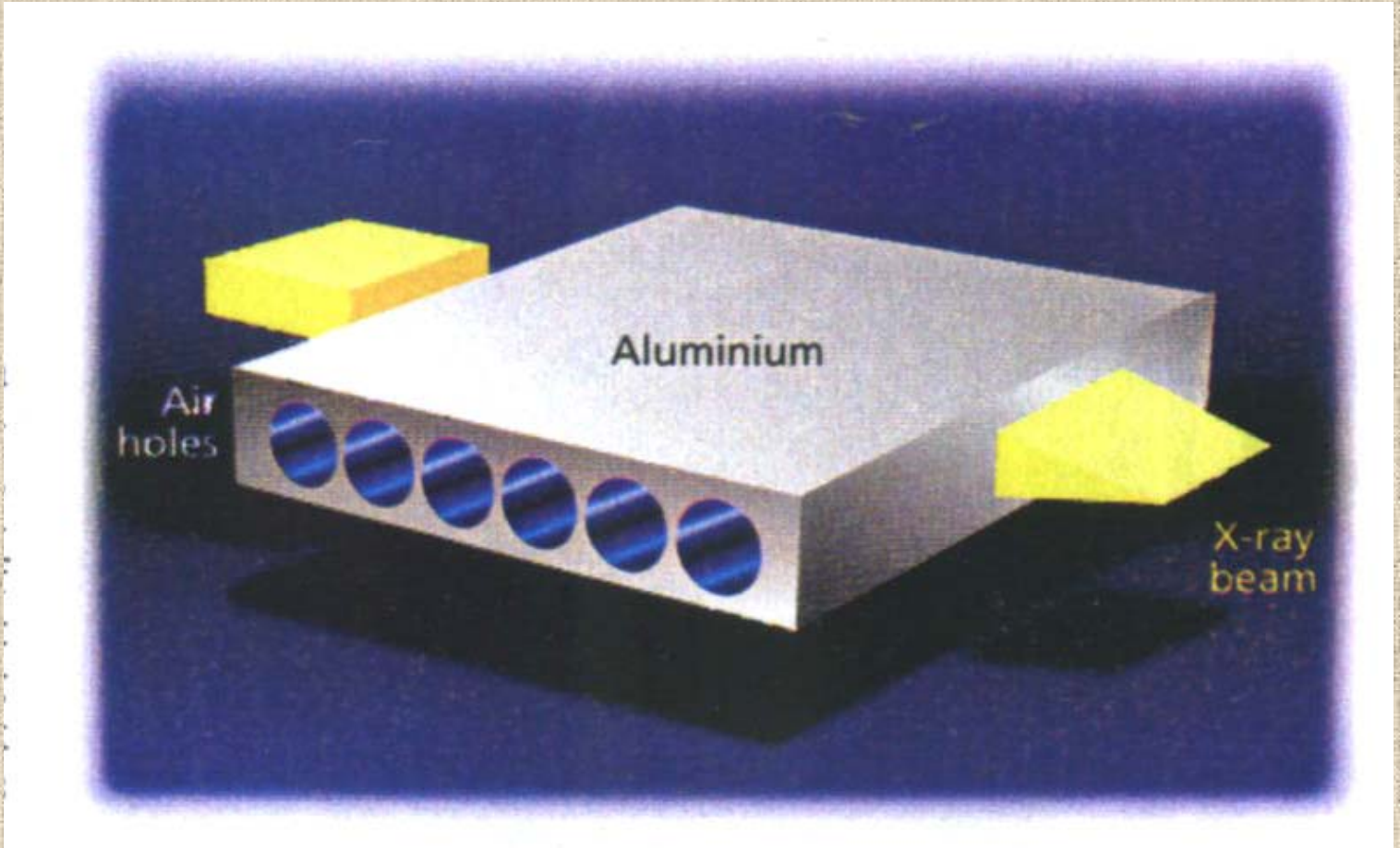
Рефракционные линзы



$$f = \frac{R}{2(1-n)}$$

$$f = \frac{R}{2N(1-n)}$$

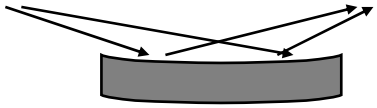
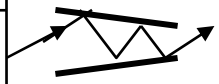
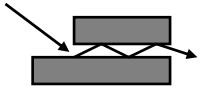
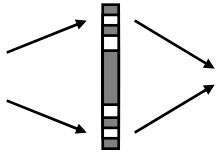
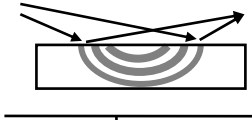
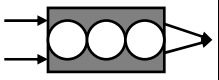
Lund,M.V. (1997) J. X-RaySci.Technol.,7,265-70.



Snigirev,A.,Kohn.V., Snigireva.I., Lengeler.B., Nature, 384, 49-51.

Focusing Optics for Hard X-rays
Energy: 6 - 60 (100) keV

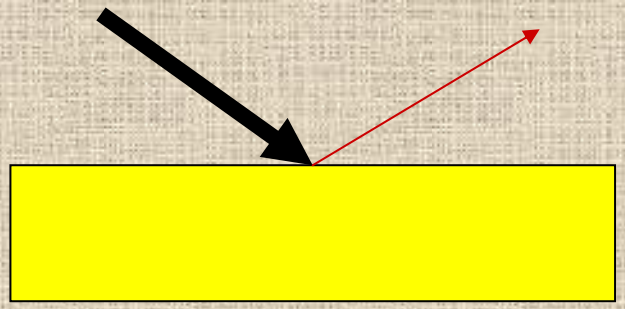
A. Snigirev
May, 2004

	Bent/curved reflective optics			Capillaries	Waveguides	Fresnel optics	Bragg-Fresnel Optics		Refractive optics
				Kreger 1948	Feng et al 1993	Baez 1952	Aristov et al, 1986		Snigirev et al, 1996
	mirror	multilayer	crystal						
	Kirkpatrick Baez, 1948	Underwood Barbee, 1986	Johann, Johansson, 1931-1933				ML	crystal	
accept	0.2 mm	0.2 mm	1 mm	0.1 mm	~10 μm	~1 mm	~1 mm		~1 mm
gain	10^4	10^4	10^4	10^2 -10^3	10 - 100	10^4	10^4		10^2 -10^3
E	<30keV	<80keV	<100keV	<20keV	<20keV	<20keV(80)	<100keV		<1 MeV
$\Delta E/E$	w. b.	10^{-2}	10^{-4} -10^{-6}	w.b.<20keV	10^{-3}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-4} -10^{-6}	10^{-2}
flux(ph/s)	10^8 (21keV)	10^{10} (12keV)	10^9 (90keV)	10^9 (8keV)	10^9 (10keV)	10^9 (9keV)	10^9 (10keV)	10^9 (10keV)	10^9 (20keV)
resolution	**0.08 μm** Hignette 2001	**0.7 μm** Thompson 1996	**1.2 μm** Lienert 1997	**0.05 μm** Bilderback 1994	**0.15 μm** Lagomarsino 1996	**0.08 μm** Yun, 2002 ~20nm<1keV	**0.9 μm** Erko 1995	**0.5 μm** Snigirev 1996	**0.11μm** Schroer 2003

0.1*0.1 μm² – SPring-8, April 2003

60nm at 10keV- Y. Kagoshima, SPring-8, 2002

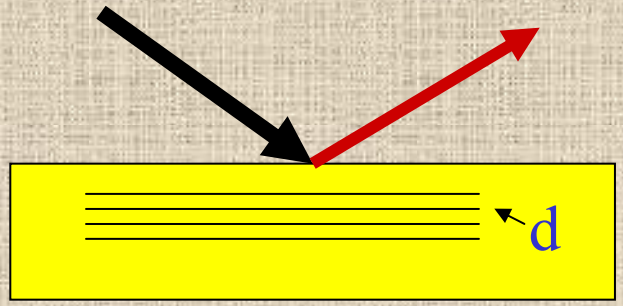
Рентгеновские зеркала



Зеркальное отражение

$$R \approx 3-5\%$$

$$I_e = 7{,}90 \cdot 10^{-26} \cdot I_0 \cdot \left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{2} \right)$$



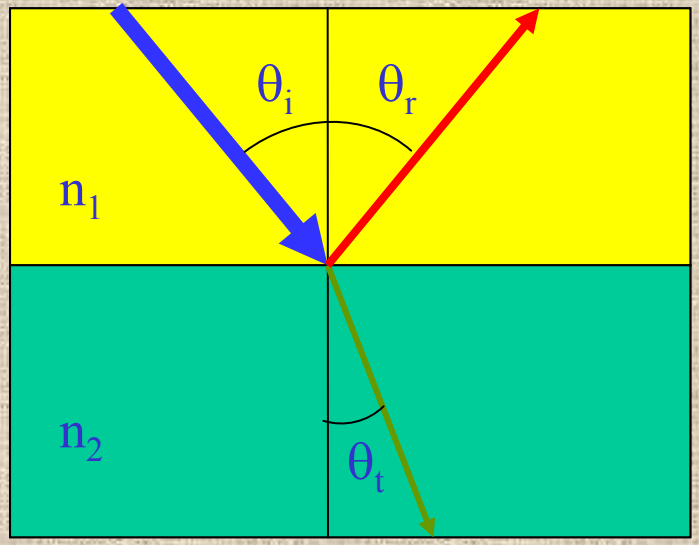
Брегговское отражение

$$R \approx 50-80\%$$

$$d \approx 1 \div 14 \, \text{A}^0$$

$$2d \sin\theta = \lambda$$

Отражение и преломление электромагнитных волн на границе двух сред Формулы Френеля



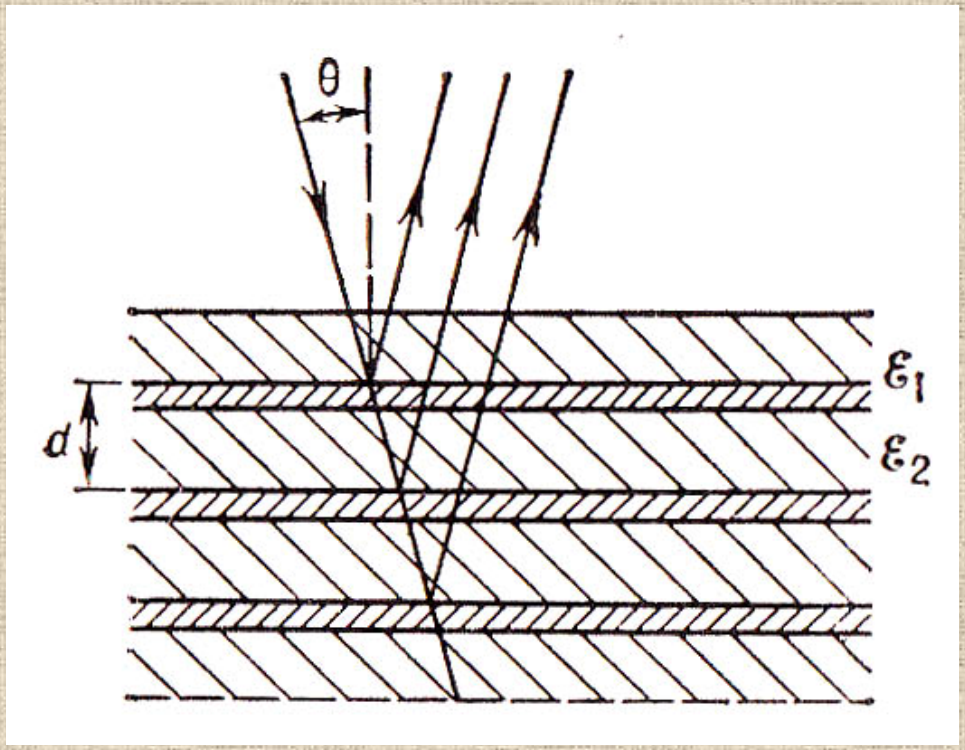
$$R = \left| \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right|^2$$

$$T = \frac{4 n_1 n_2}{\left(n_1 + n_2 \right)^2}$$

$$\frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_t} = \frac{n_2}{n_1}$$

$$\varepsilon = \frac{1}{c^2} = 1 + \chi = n^2$$

Многослойные рентгеновские зеркала

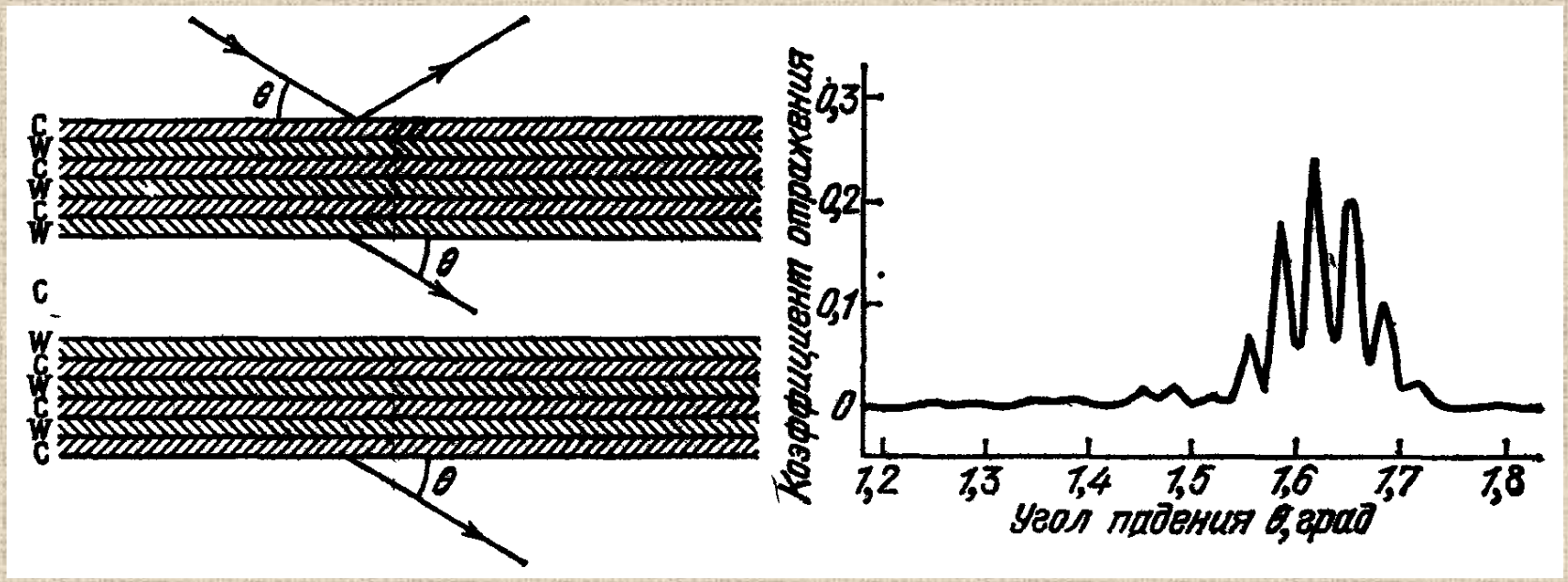


W, Re,Mo, Ni, Ru, Ti, Au

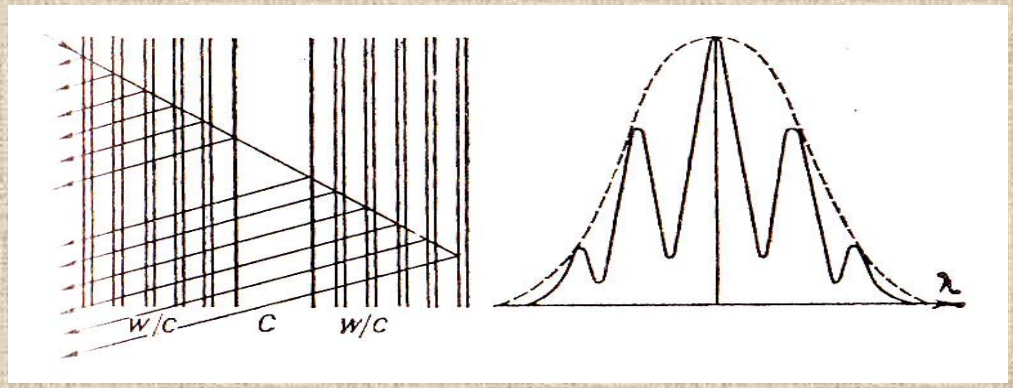
C, B, Be, Si

Mo-Si

Ni-C



Рентгеновский эталон Фабри — Перо.
Левый рисунок объясняет принцип его работы. Два многослойных зеркала, изготовленных из пар слоев вольфрама и углерода, разделены прослойкой из углерода.



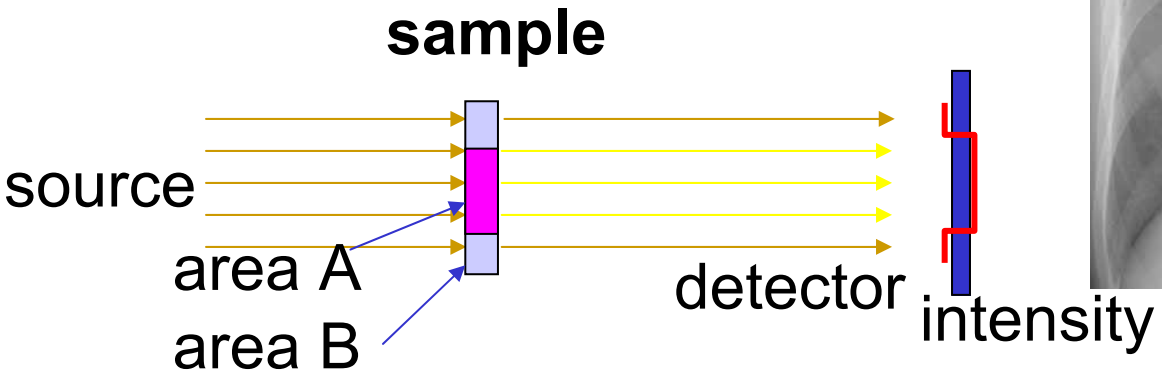
РЕНТГЕНОГРАФИЯ АМПЛИТУДНАЯ И ФАЗОВАЯ

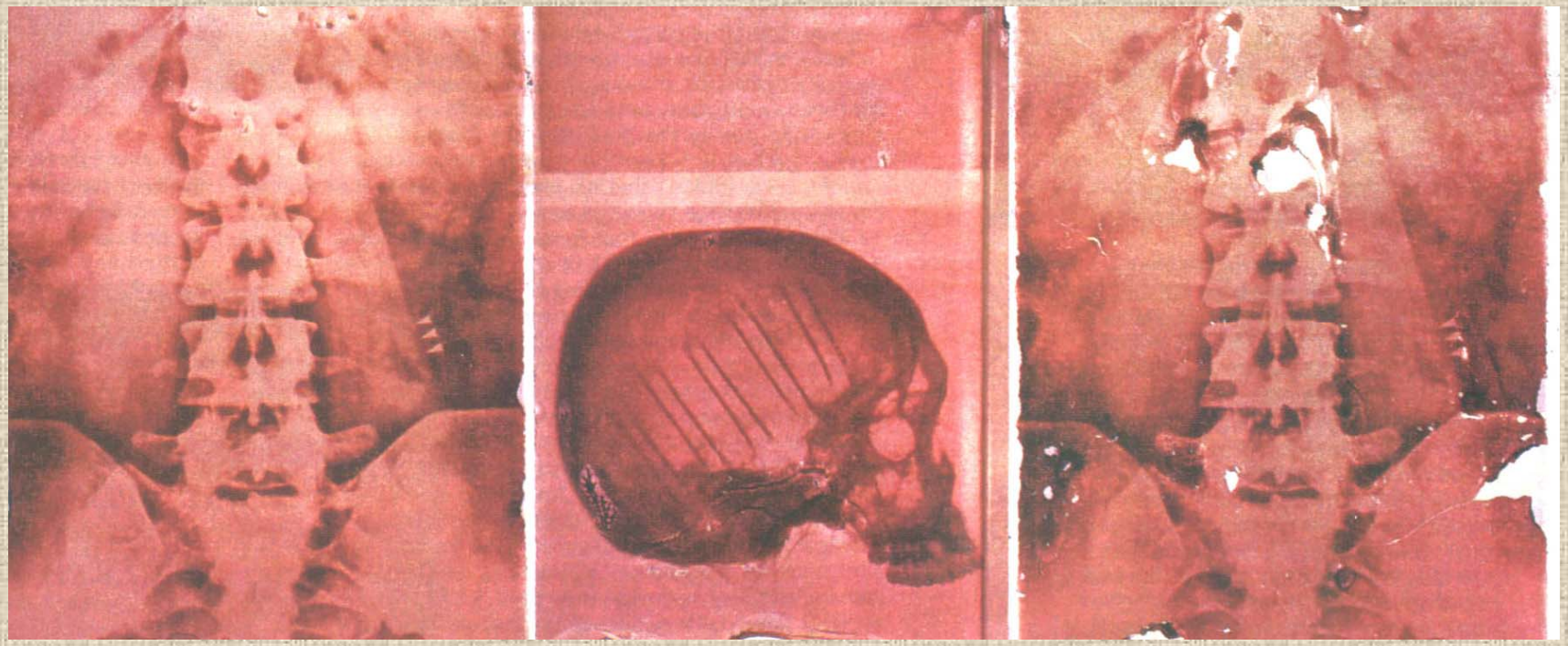
1) Absorption Contrast

- Thickness or density of specimens
- Absorption from element

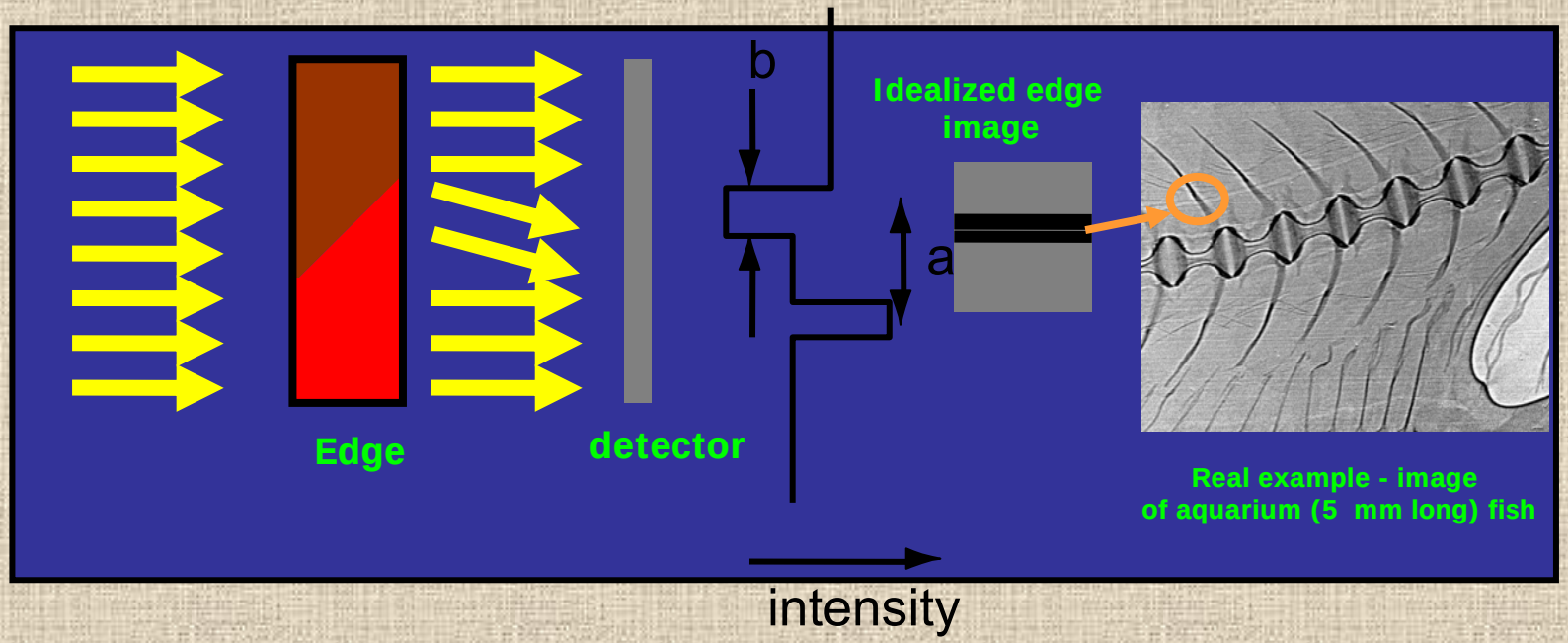
* **Low resolution (> 1mm)**

* **Weak contrast for tissue**

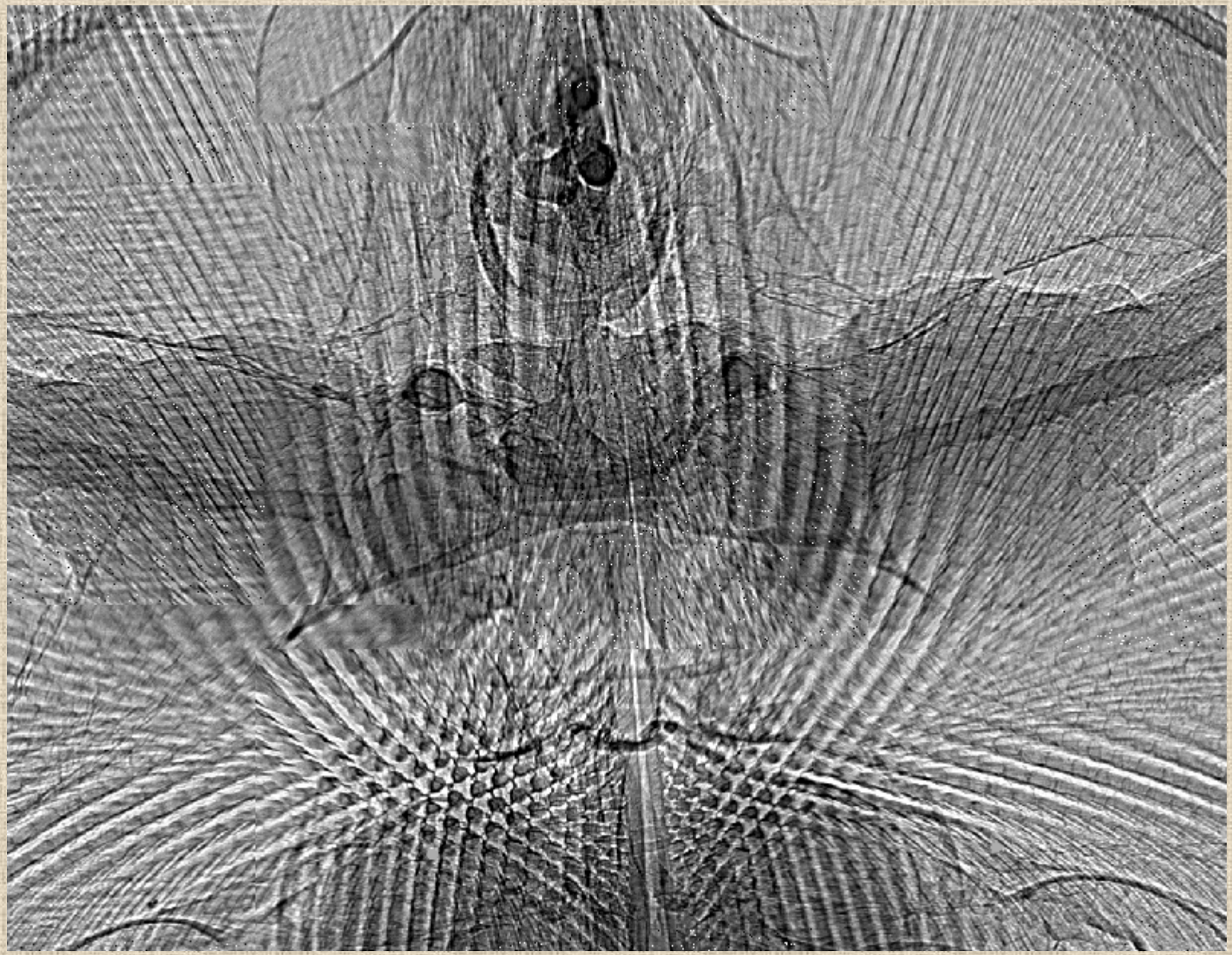


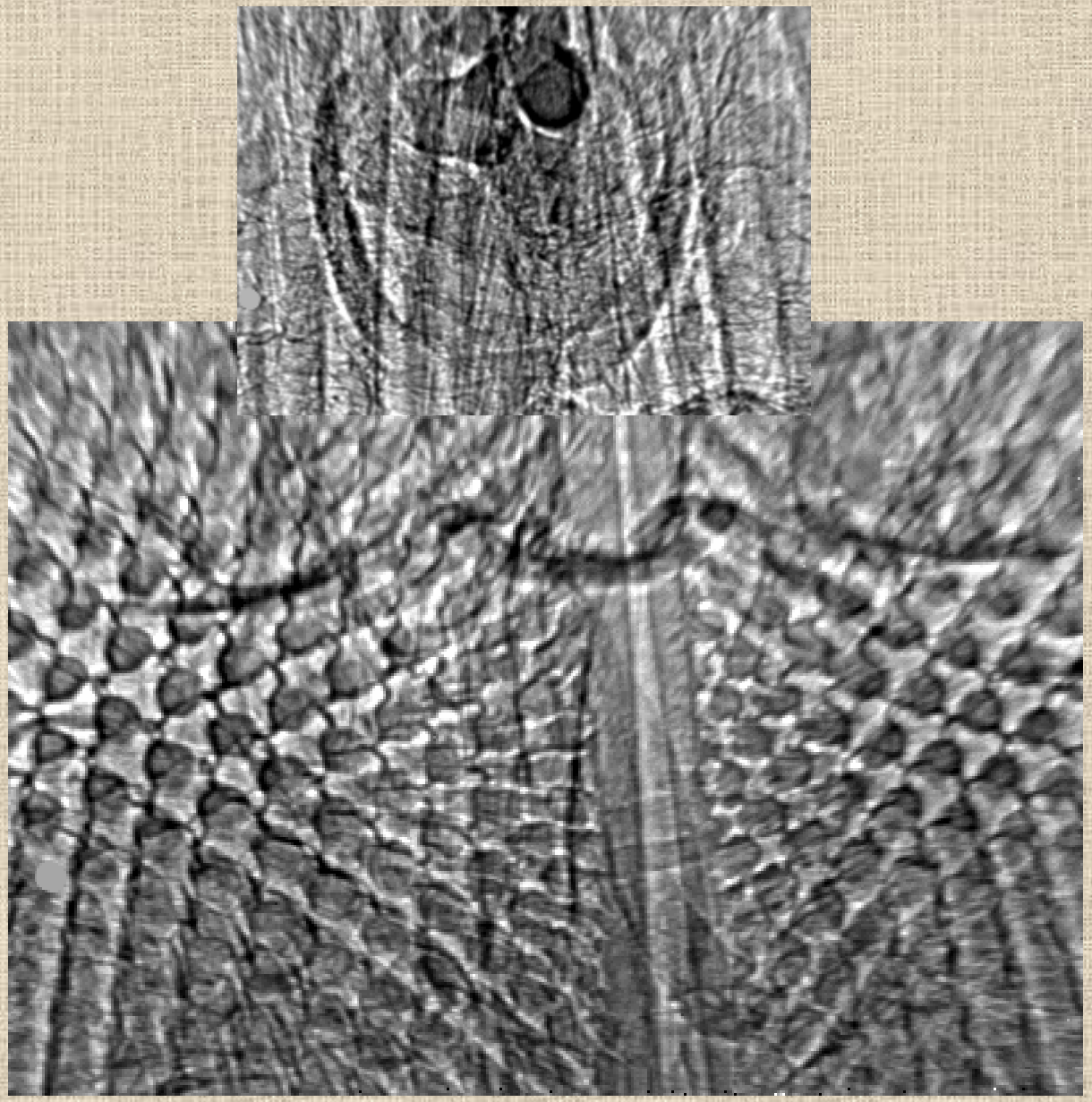


2) Phase Contrast - Edge Enhancement by refraction

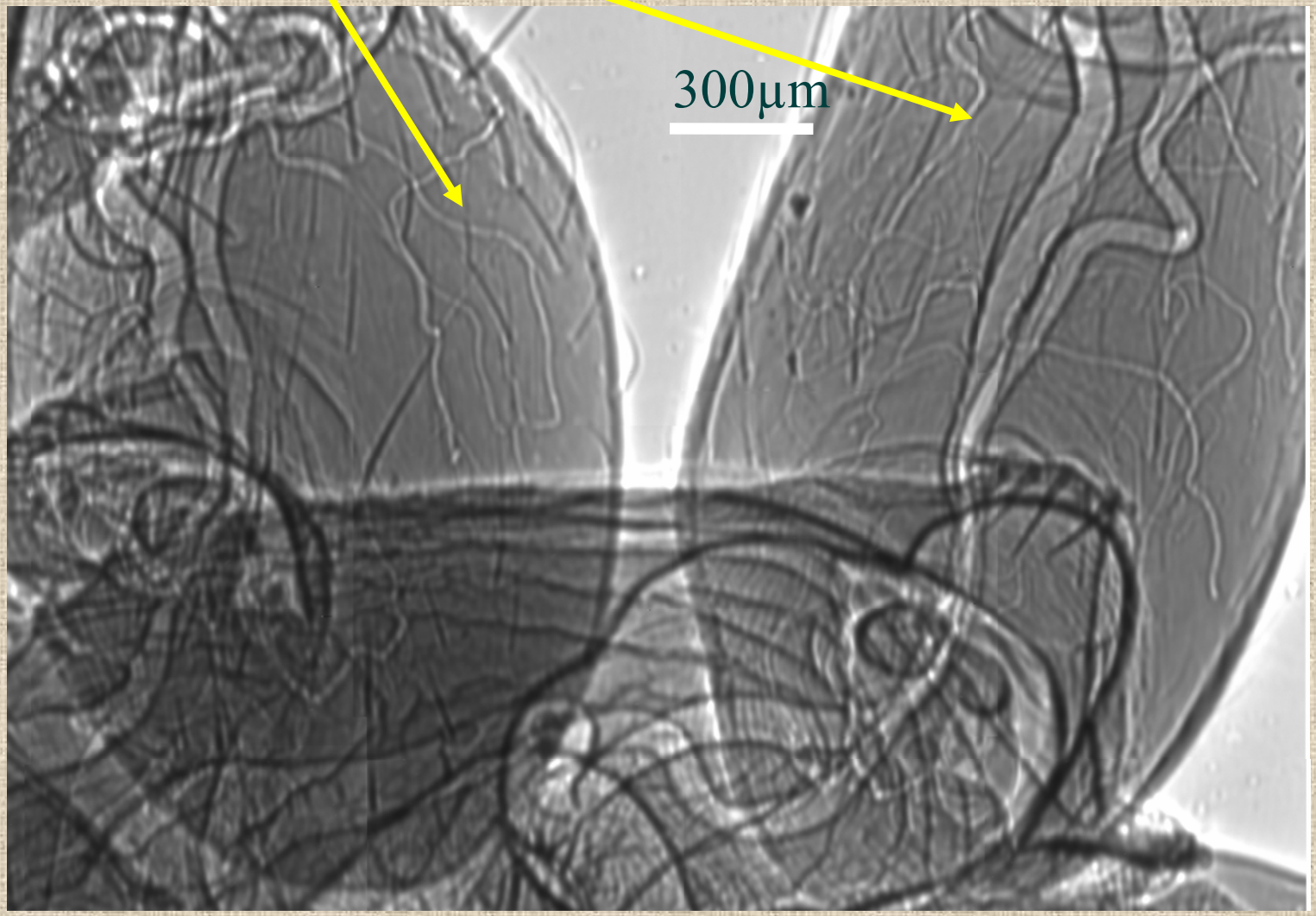


House Fly Head

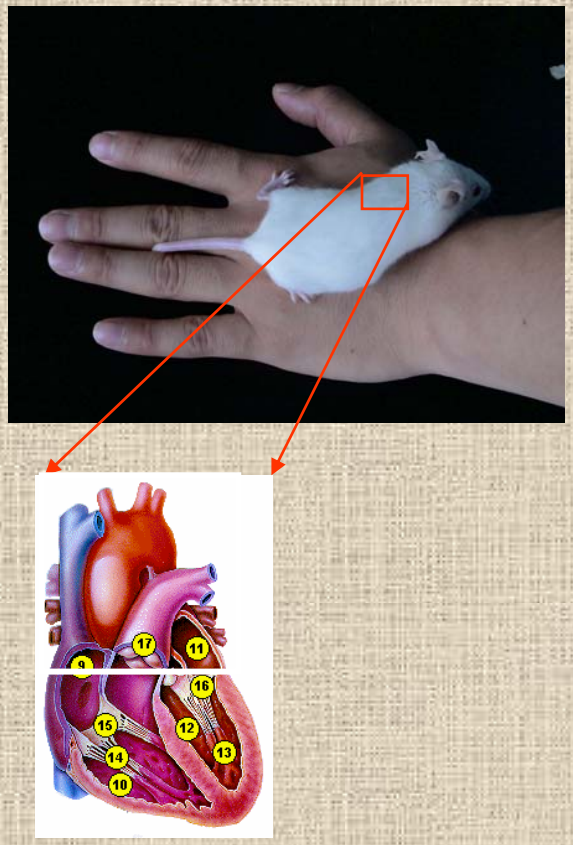


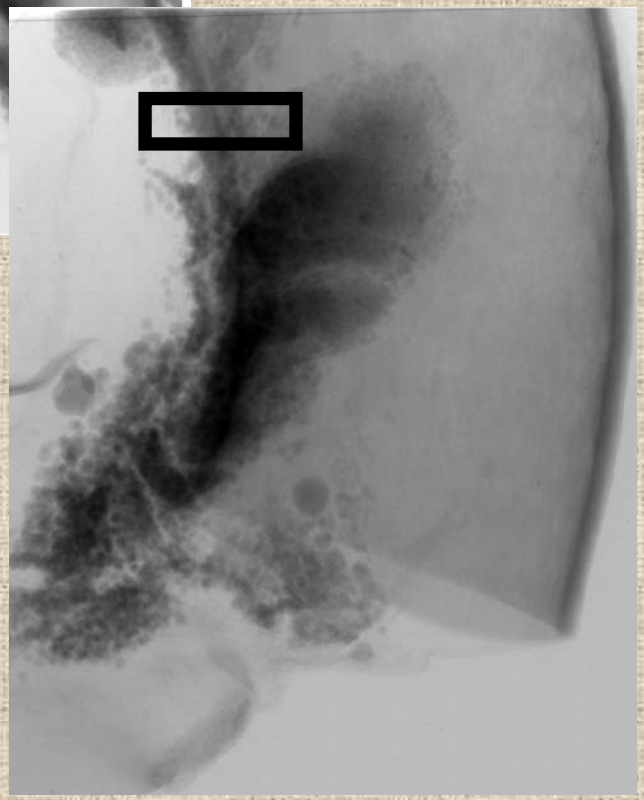


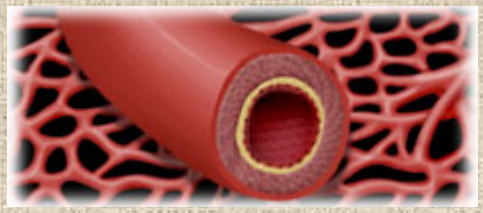
Microvessels in fly

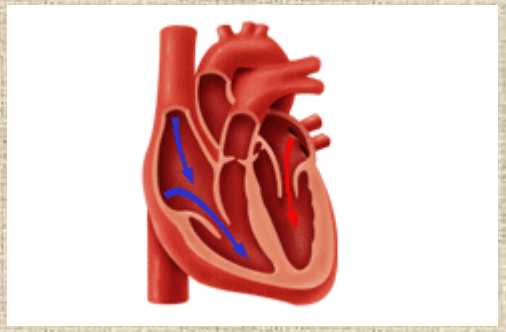


Heart vessels of mouse



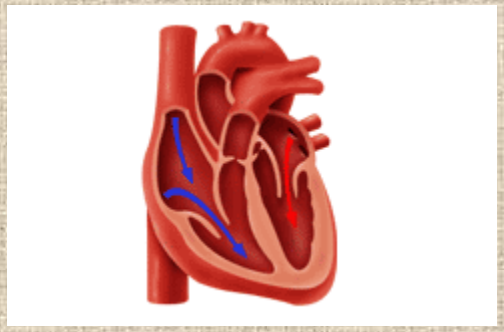


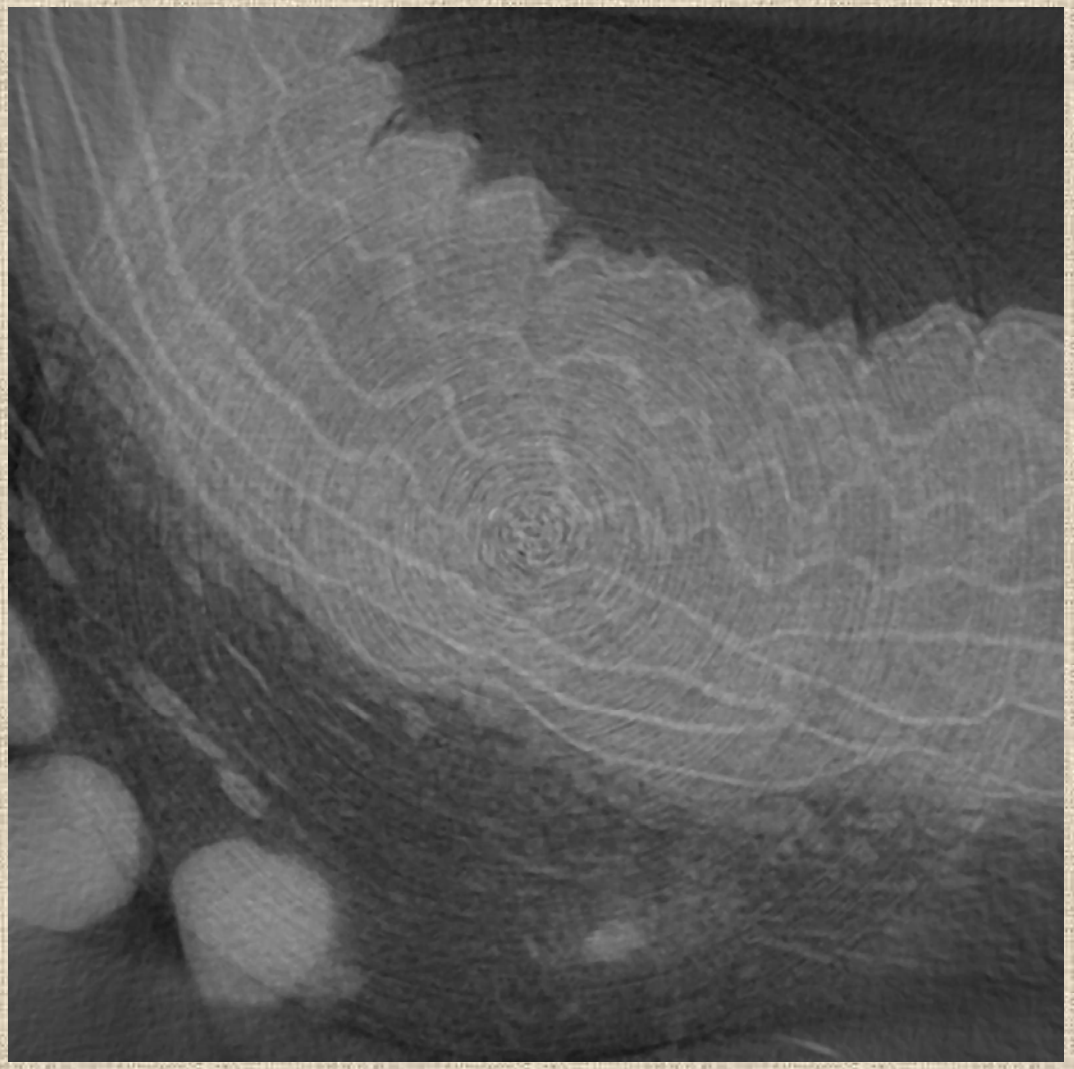




Aorta

Reconstructed Tomographic image

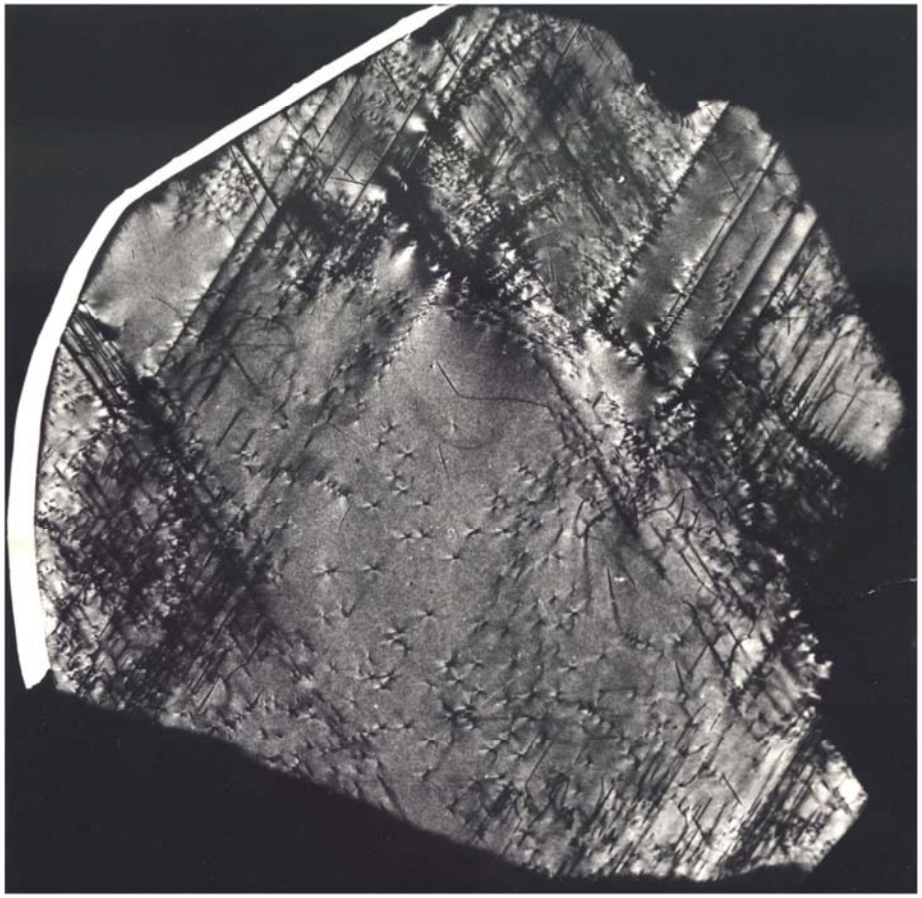


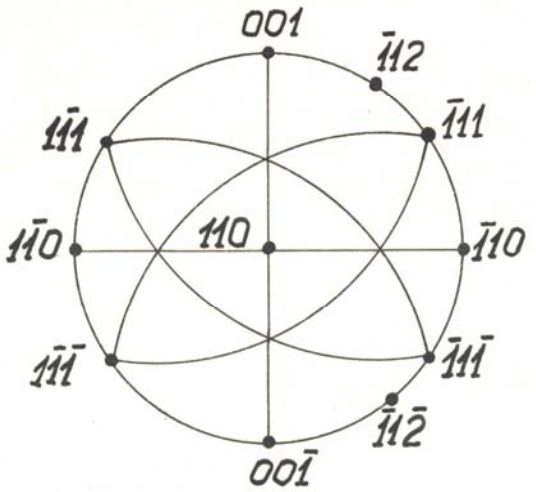


FOV
240x240μm^2

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ ДЕФЕКТОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ

Ростовые дефекты в монокристалле кремния





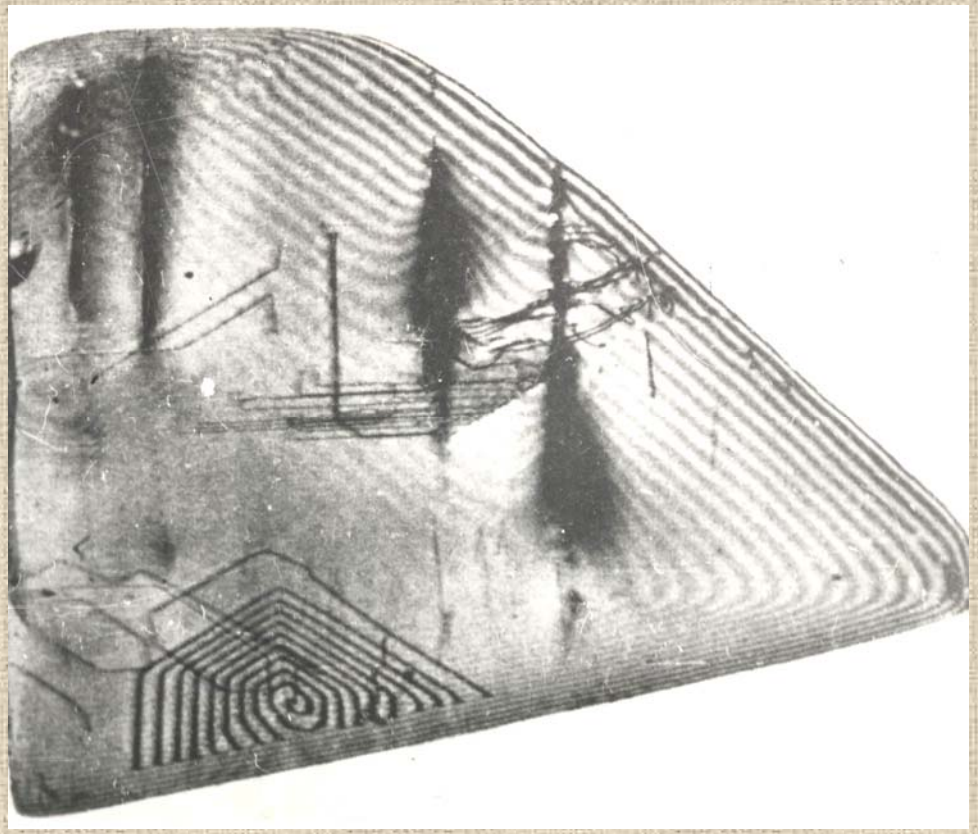
$110/\bar{2}20$ $CuK\alpha$

$t = 1{,}3$ мм

$\mu t = 18{,}43$

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Ростовые дефекты в монокристалле кремния



A.R.Lang, Acta Gryst.12, 249-250, (1959)

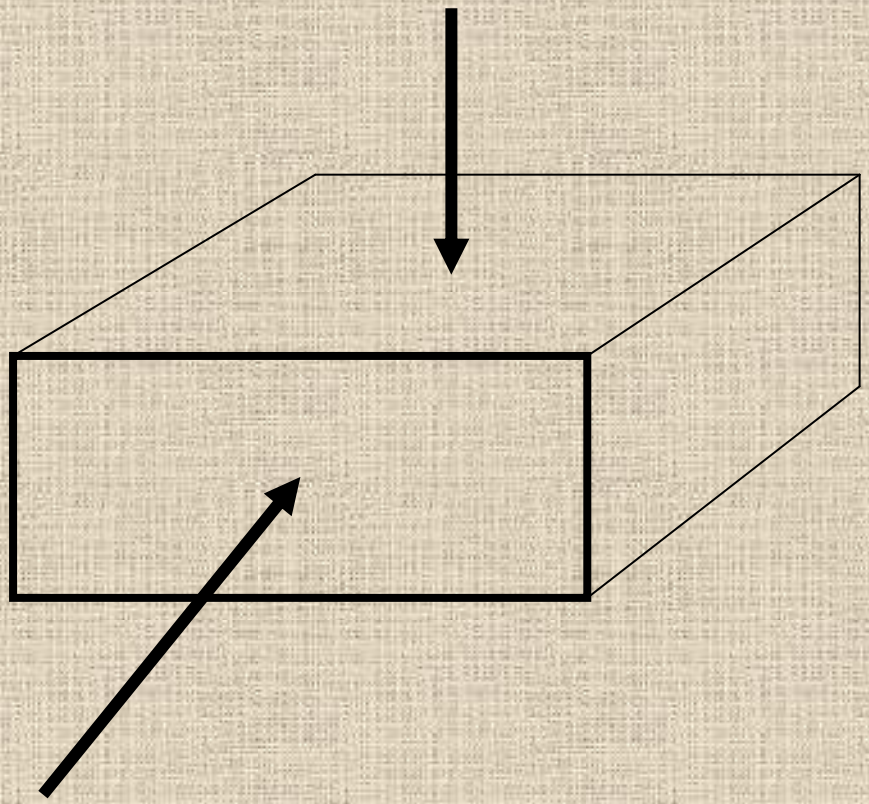
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

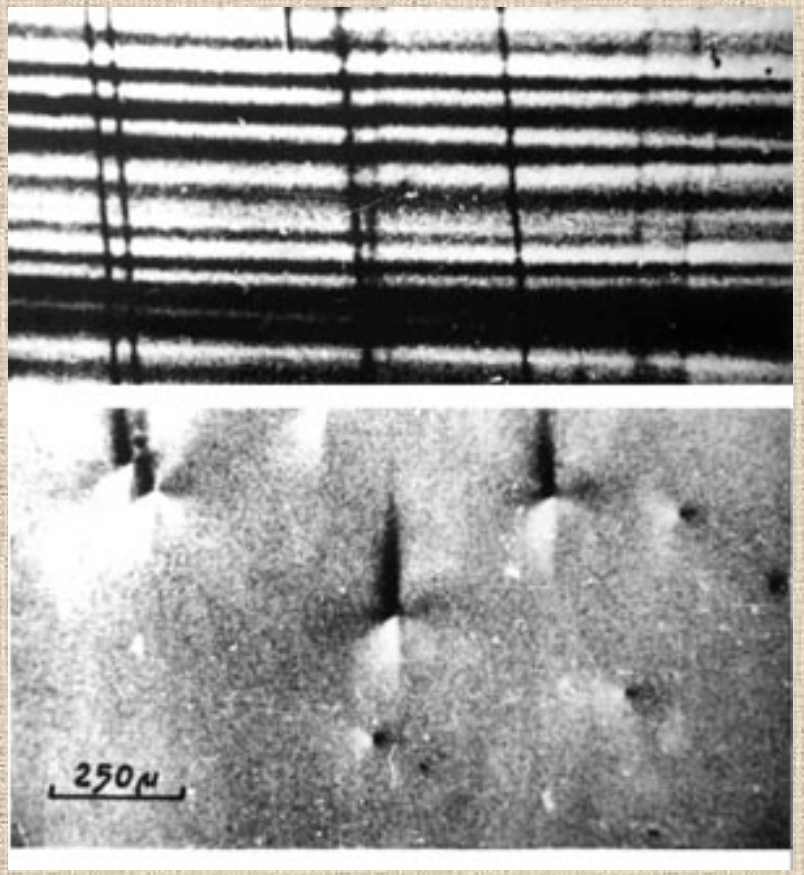
Дислокационные полупетли введенные в монокристалл кремния при пластическом изгибе

В.Н.Ерофеев, В.И.Никитенко, В.И.Пловинкина, Э.В.Суворов
Кристаллография 1971, 16, 1, 190-196

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Стереотопограммы кристалла кремния, снятые по методике Бормана





Кристалл имеет форму прямоугольной призмы, трансмиссионные топограммы получены с двух его граней под прямым углом. Топограммы позволяют получить полную реконструкцию объема образца (из работы В.И.Никитенко, Л.Н. Данильчука).

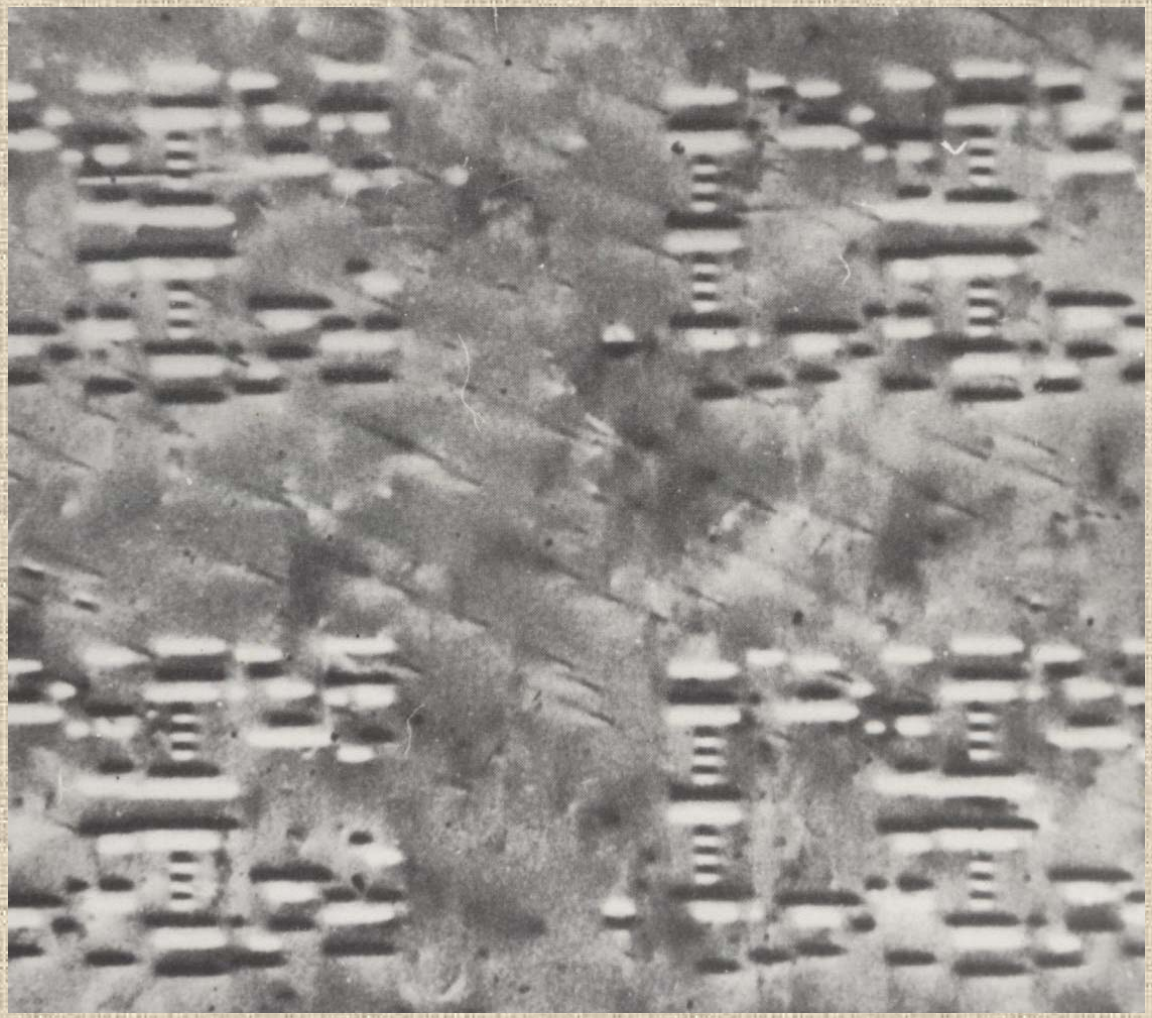
Л.Н.Данильчук, В.И.Никитенко. ФТТ, 9, 7, 2027-2034, 1967

Рентгеновская топограмма монокристалла кремния имеющего клиновидную форму

V.L.Indendom V.M.Kaganer, W.Mohling, E.V.Suvorov
Phys. Stat. Sol.(a) 1984,83, 195-205

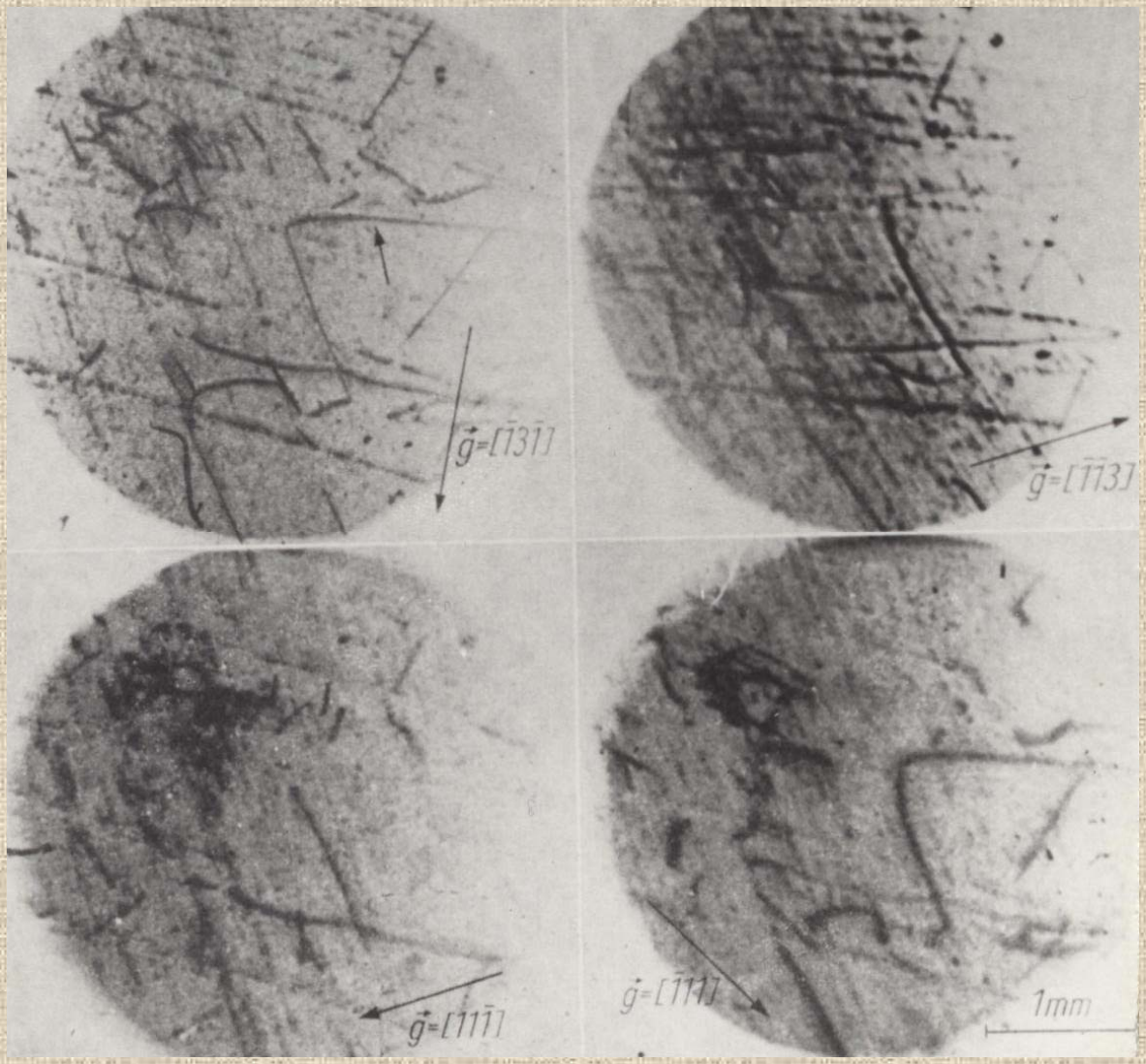
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Рентгеновская топограмма фрагмента электронной микросхемы



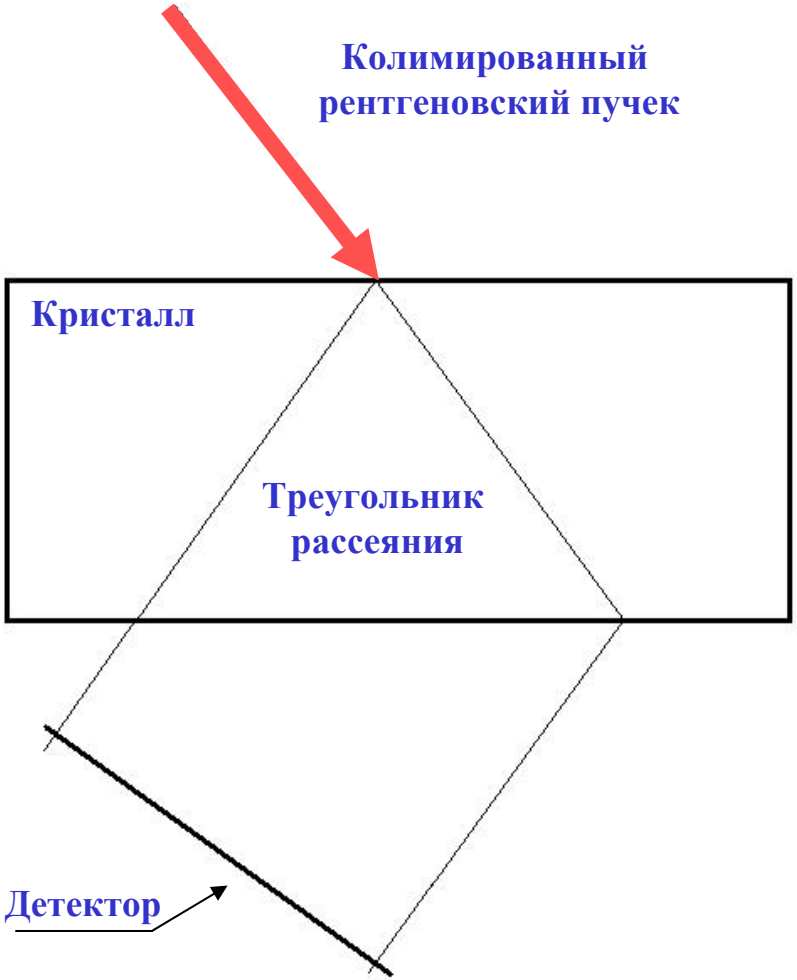
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Четыре рентгеновских топограммы полученные в пучке синхротронного излучения



МЕХАНИЗМЫ ОБРАЗОВАНИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКЦИОННОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДЕФЕКТОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ

СХЕМА ПОЛУЧЕНИЯ СЕКЦИОННОЙ ТОПОГРАММЫ



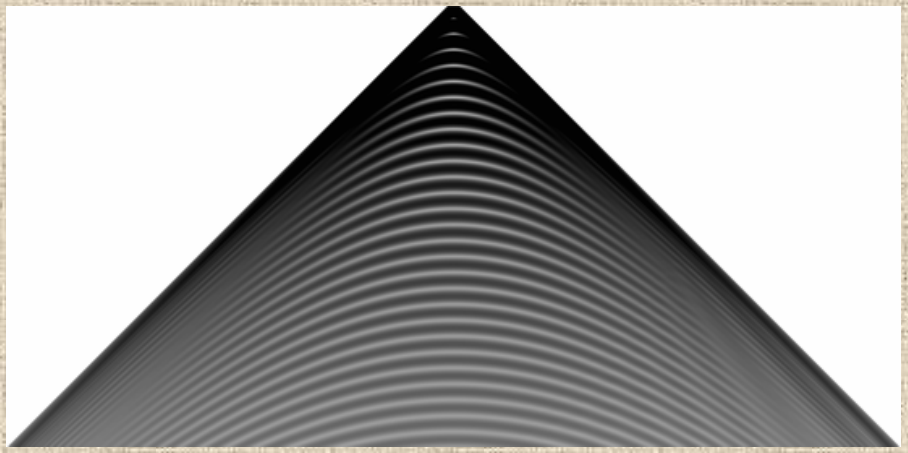
$$\begin{cases} \dfrac{\partial \psi_0}{\partial s_0} = -i\pi K C \chi_{-H} \psi_H \\ \dfrac{\partial \psi_0}{\partial s_H} = -i\pi K C \chi_H \psi_0 + i2\pi K \beta_H \psi_H \end{cases}$$

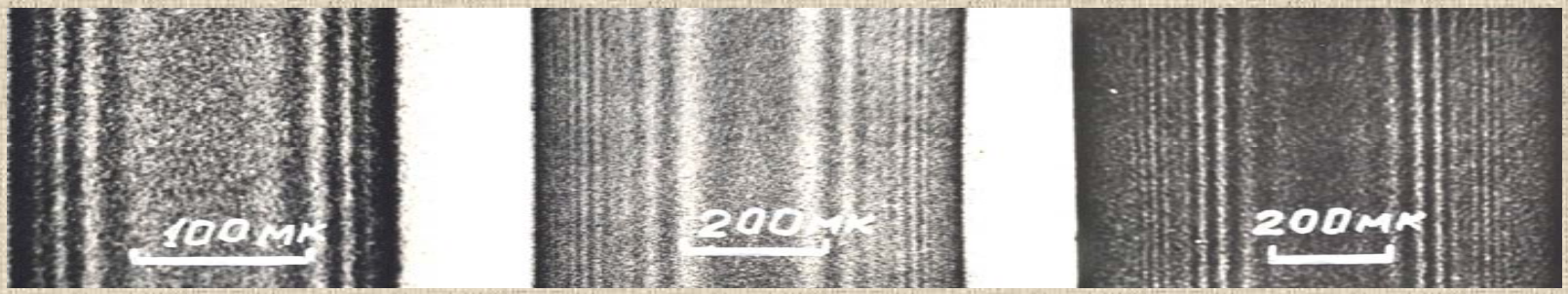
$$\beta_H = -\frac{1}{K}\frac{\partial}{\partial s_H}(\mathbf{HU})$$

$$U(x,y,z) = \frac{1}{4\pi}\left[-\Omega \mathbf{b} - \frac{1-2\nu}{1-\nu}[\boldsymbol{\tau} \times \mathbf{b}] \ln \rho + \frac{1}{1-\nu}\frac{[\boldsymbol{\tau} \times \mathbf{b}]\rho}{\rho^2}\boldsymbol{\rho} \right]$$

Здесь Ω - телесный угол под которым из точки ***R****(x,y,z)* видна положительная сторона полуплоскости, границей которой является дислокация; **τ** - единичный вектор, определяющий ориентацию дислокации; **b** – вектор Бюргерса;
ν - коэффициент Пуассона.

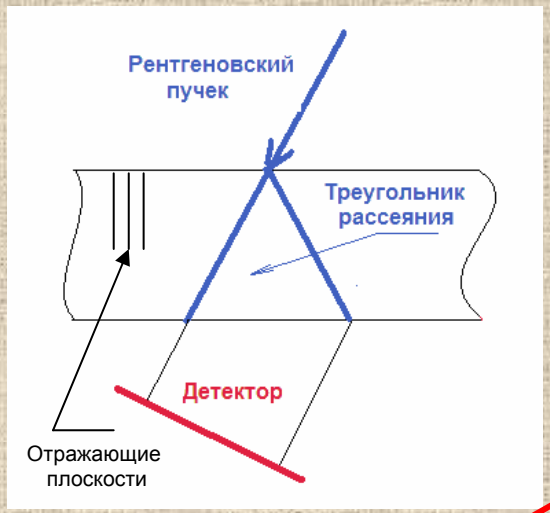
Примеры секционных топограмм и численного моделирования волнового поля в идеальных кристаллах

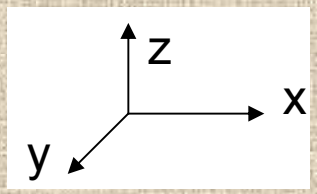


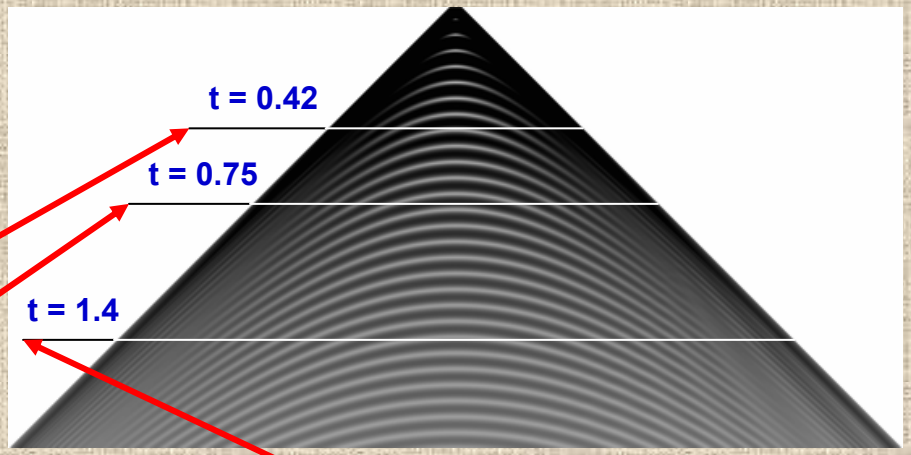


E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast
Phys.Stat.Sol. 26,1,385-395,1974

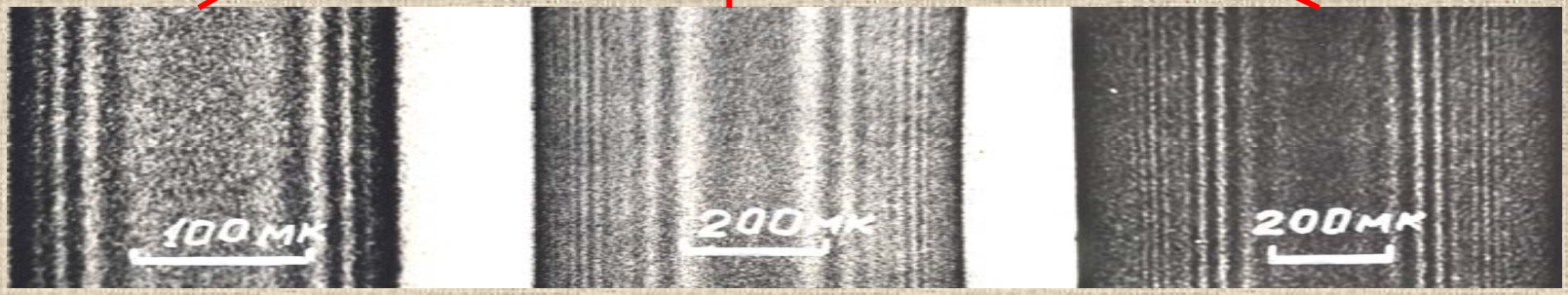
Что такое рентгеновская секционная топография?







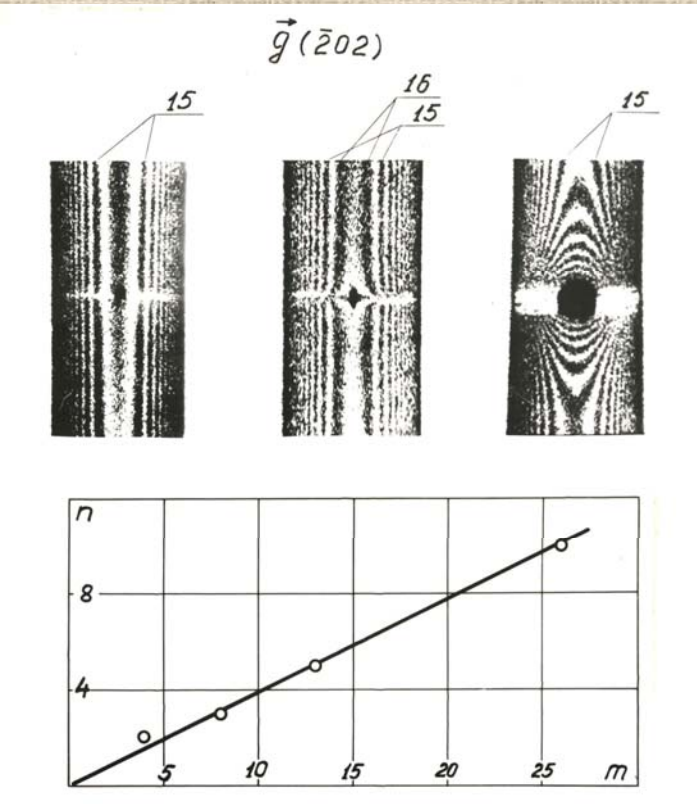
Численное моделирование волнового поля в треугольнике рассеяния (палатке Бормана)

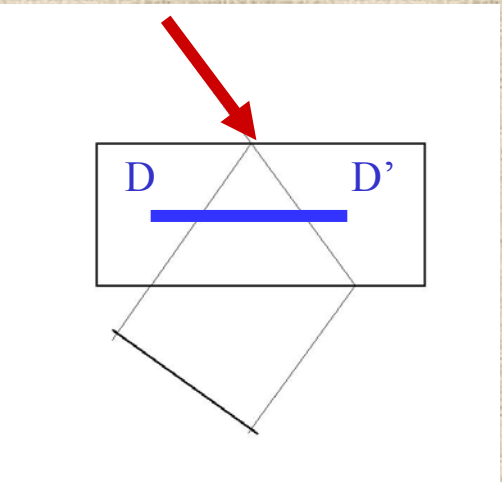


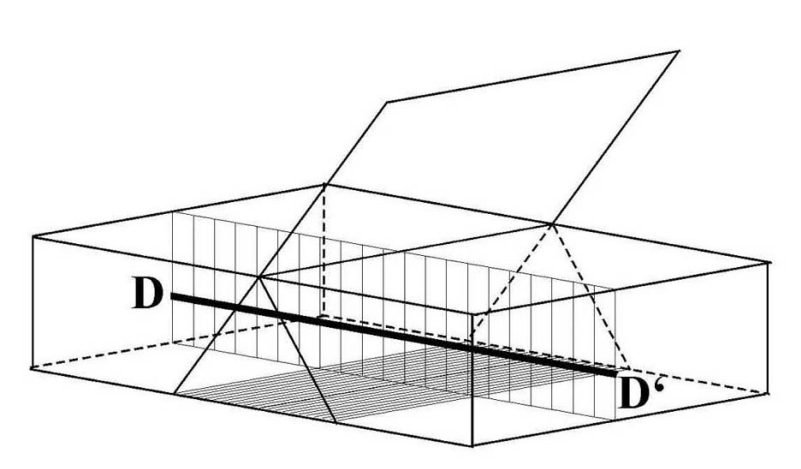
Фрагменты экспериментальных секционных топограмм совершенных монокристаллов Si с разной толщиной (t = 0.42, 0.75, 1.4 mm). На тотограммах четко видны интерференционные полосы

E.V.Suvorov,V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom, Phys.Stat.Sol. 26,1,385-395,1974

The X-Ray Images of the Long-Range Elastic Stress Field of the Section Tomograms. Dependence of the Number of the New Appeared Extinction Contours on the Diffraction Power of the Dislocations.



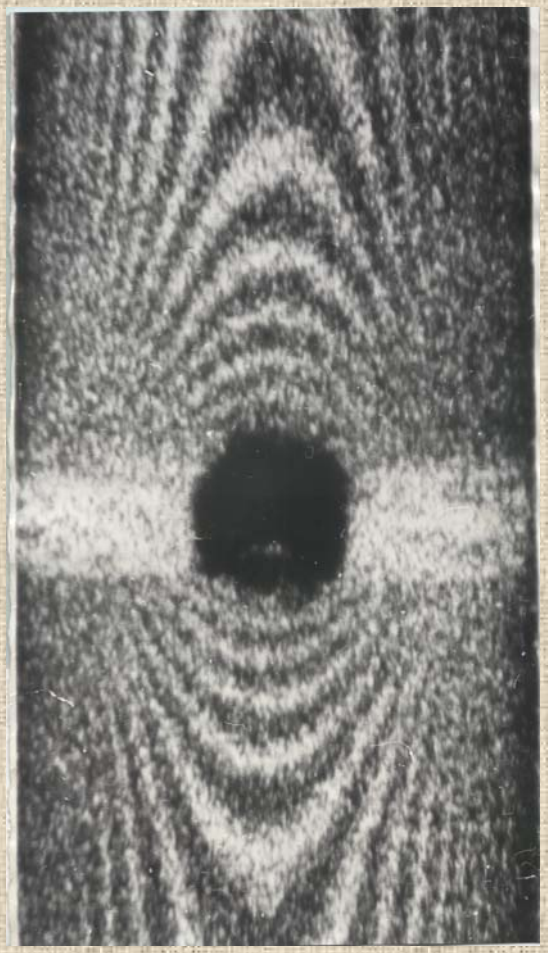


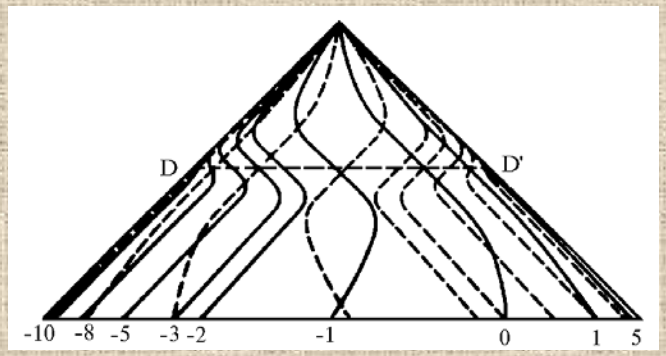


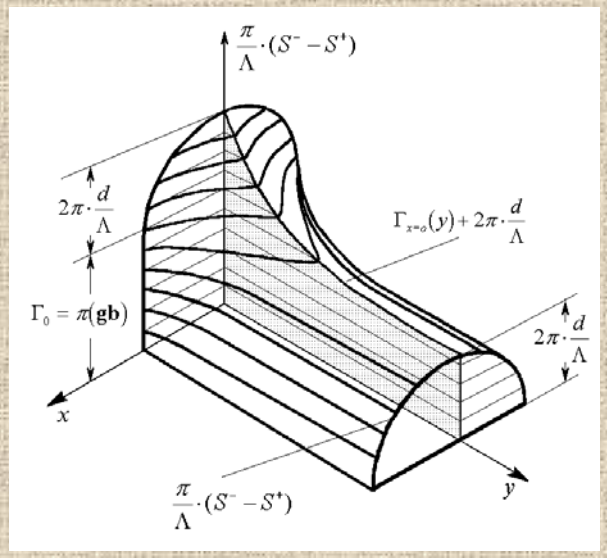
V.L.Indenbom, V.I.Nikitenko, E.V.Suvorov, V.M.Kaganer.

Phys.Stat.Sol. (a)46, 1, 379-386, 1978

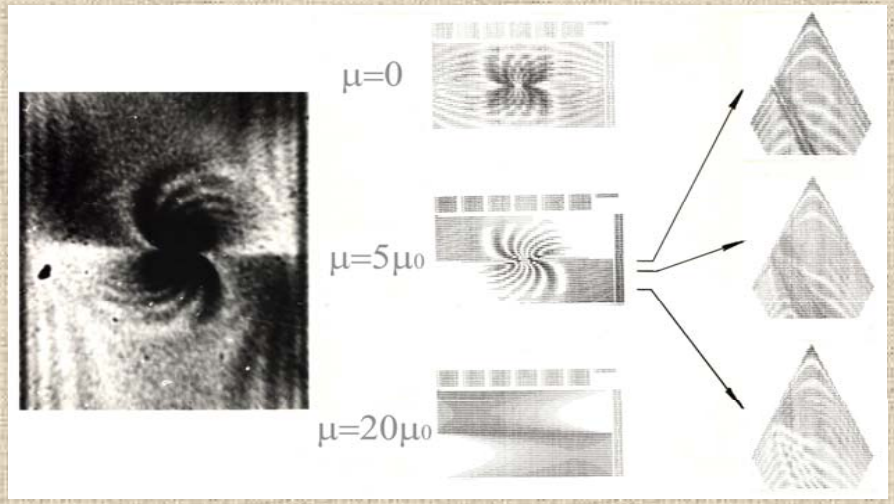
Рентгеновская секционная топограмма дислокации параллельной вектору дифракции и соответствующая поверхность дополнительной разности фаз блоховских волн, приобретаемой волнами в упругом поле дислокации

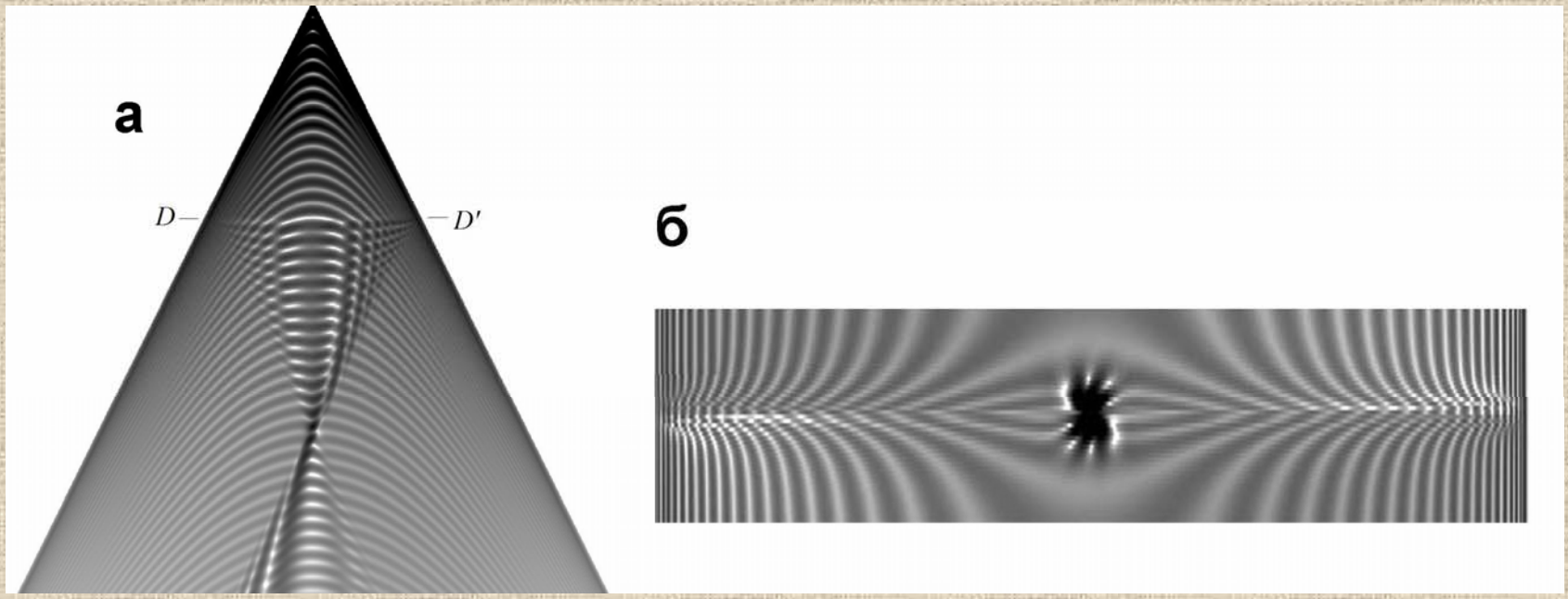




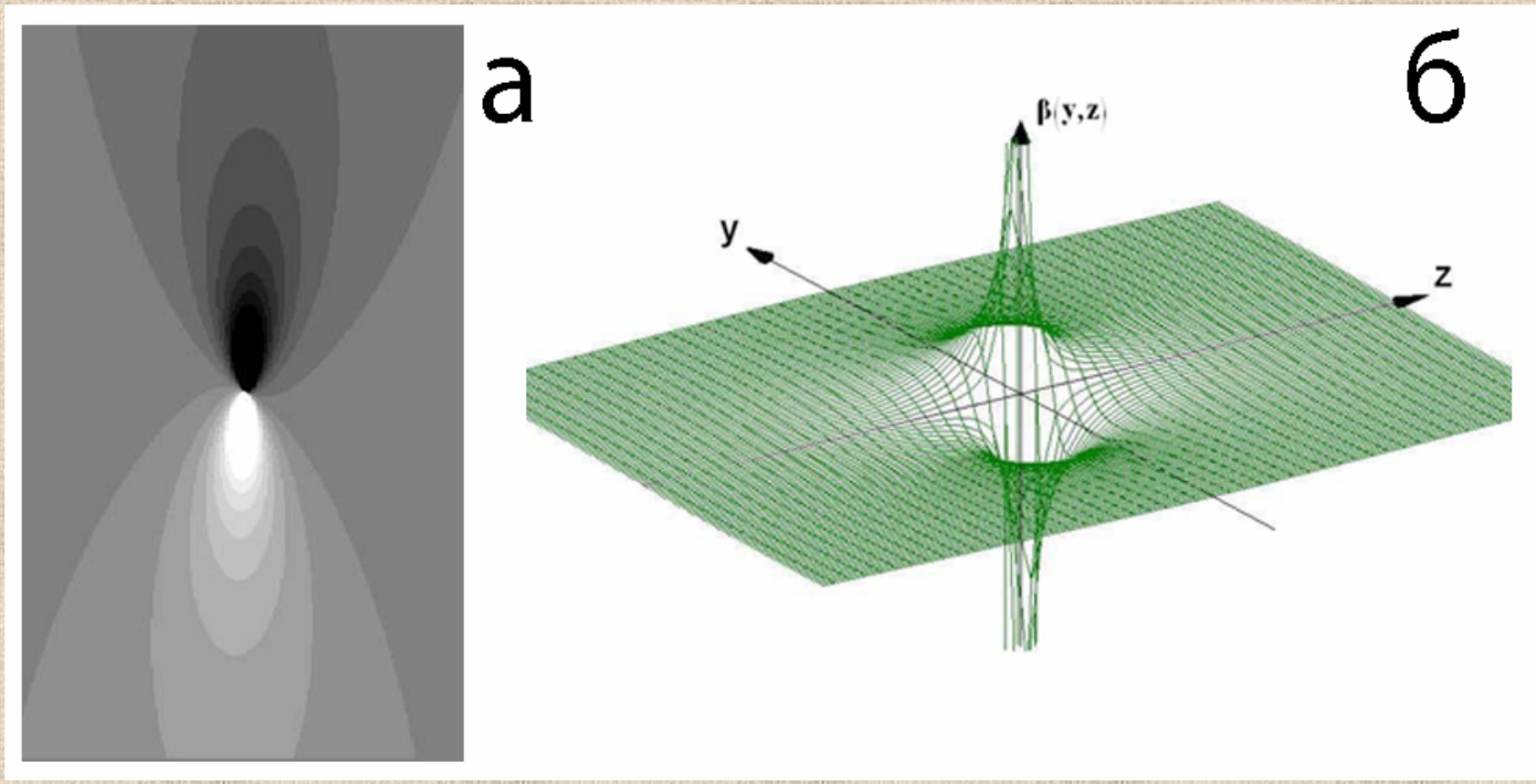


В.Л.Инденбом, В.И.Никитенко, Э.В.Суворов, В.М.Каганер Phys.Stat.Sol. (a)46, 1, 1978, p.379-386

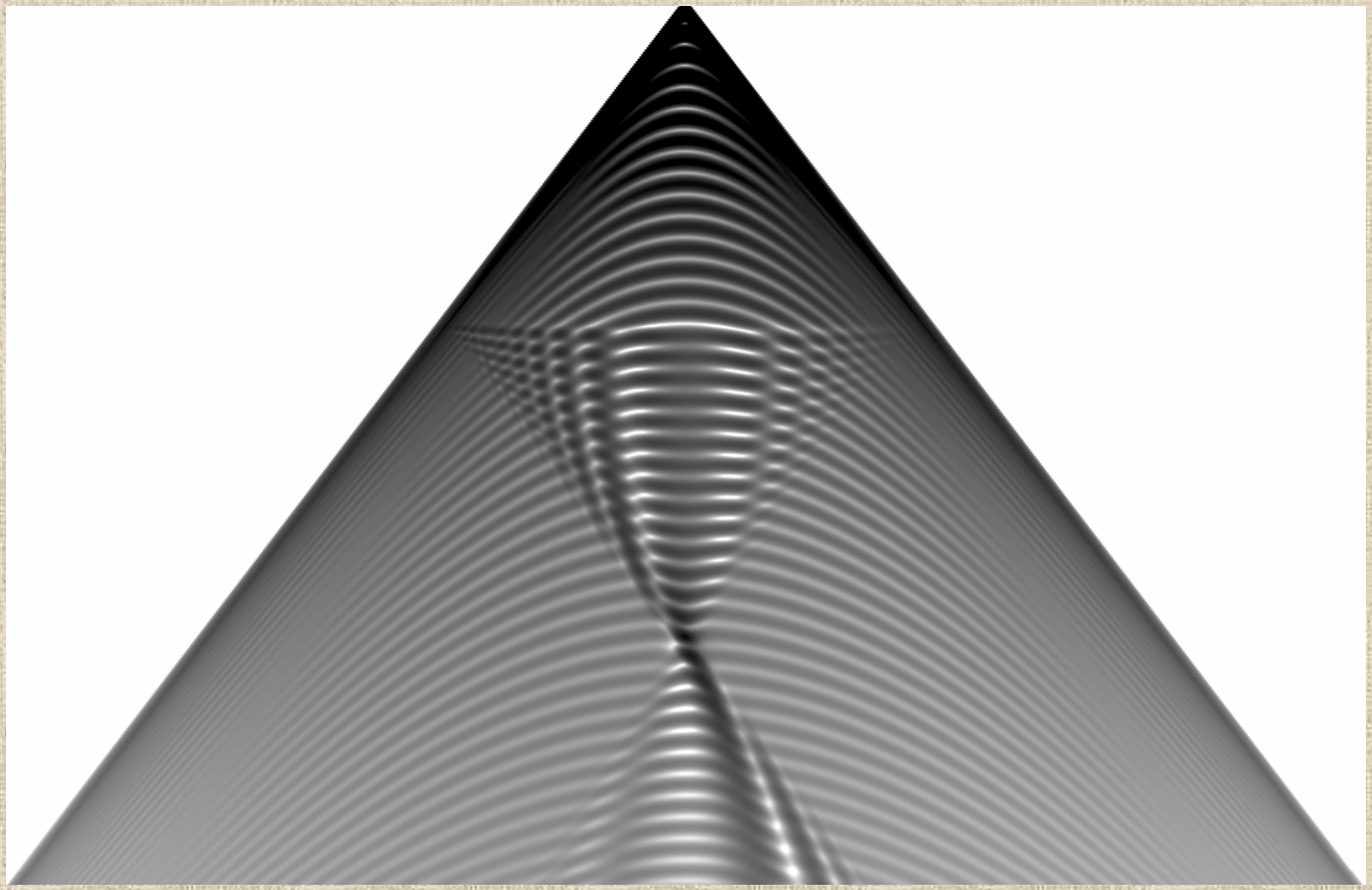

μ=0
μ=5μ0
μ=20μ0


а
D
D′
б

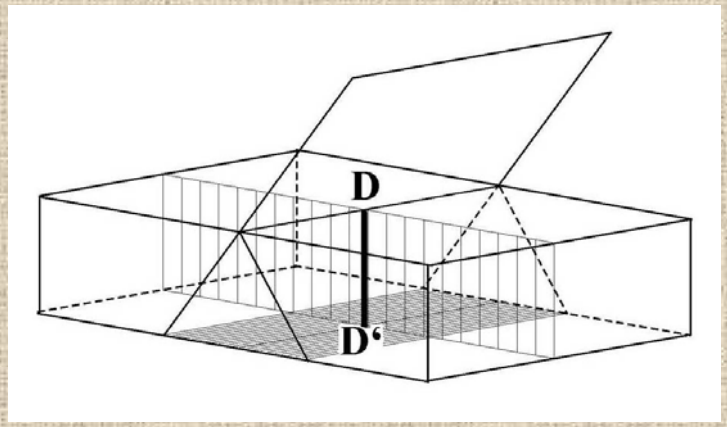
Вид функции локальных угловых разориентаций β(x,y) для винтовой дислокации

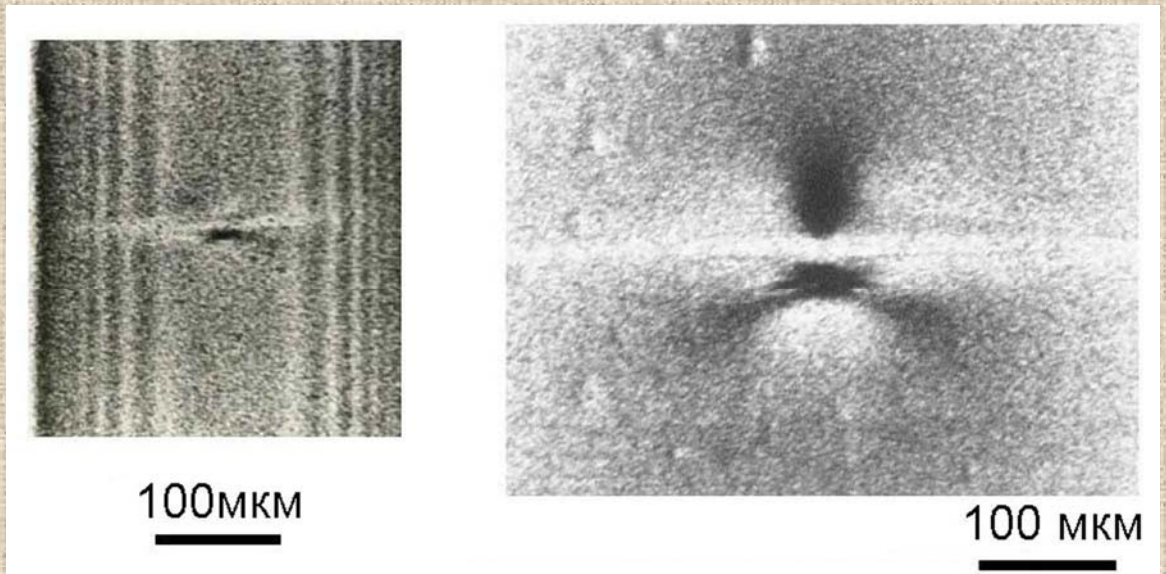


Волновое поле рассчитанное внутри треугольника рассеяния возникающее под дислокационной линией



Рентгеновское дифракционное изображение краевой дислокации в тонком и толстом кристаллах



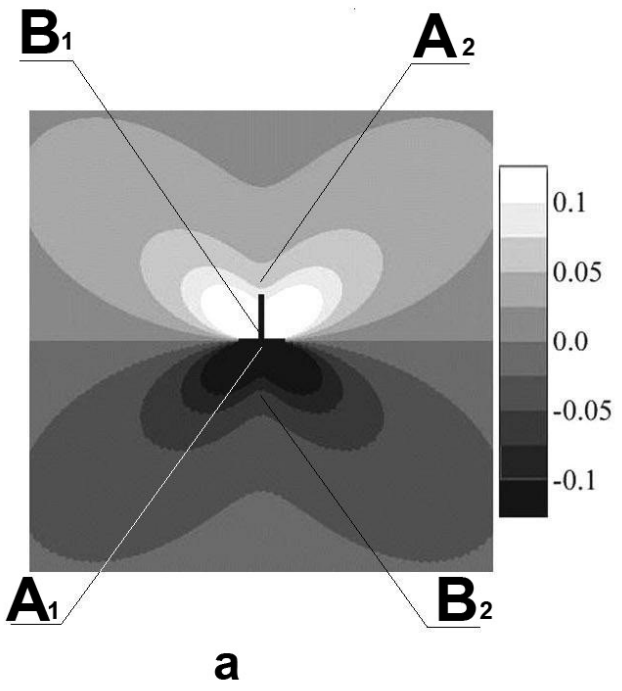


$\mu t \leq 1$

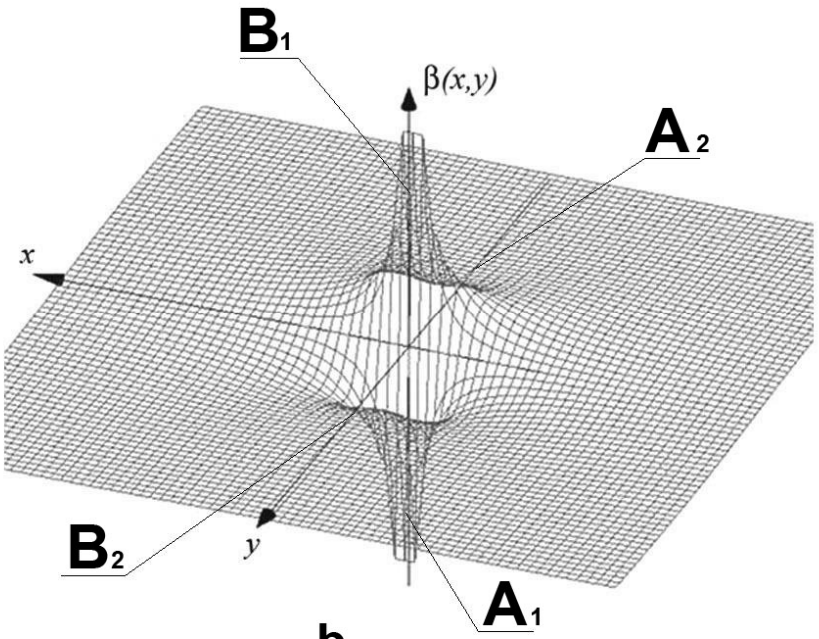
$\mu t \gg 1$

Вид функции локальных угловых разориентаций β(x,y) для краевой дислокации

Линейная шкала почернения представлена в угловых секундах. Размеры изображения 100*100 мкм^2.



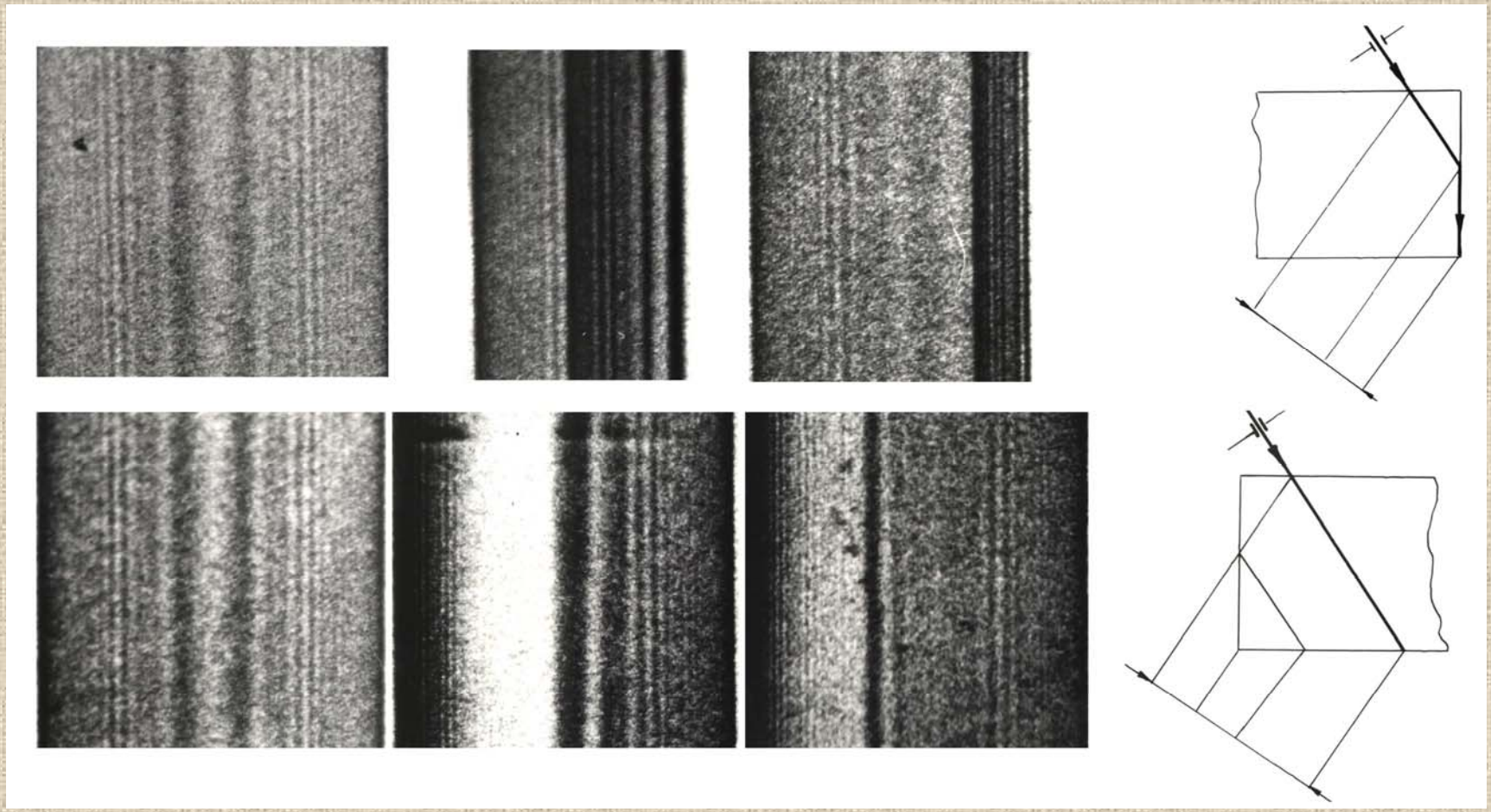
a



b

$$\beta_H = -\frac{1}{K}\frac{\partial}{\partial s_H}(\mathbf{HU}) = -\frac{\lambda^2}{d}\frac{\partial U_x}{\partial x}$$

Рентгеновское волновое поле в ограниченном кристалле



ШулаковЕ.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. Поверхность 1996, 7, 32-43

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Некоторые выводы геометрической оптики

$$\pm \frac{\chi}{2} \cdot \frac{d}{dz}\left(\frac{dx/dz}{\sqrt{1-(dx/dz)^2}} \right) = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) \left(\mathbf{K}_{\text{н}} \mathbf{u}(\mathbf{r}) \right)$$

$$\frac{d\mathbf{p}}{dz} = \mathbf{F}(\mathbf{r})$$

$$\mathbf{F}(\mathbf{r}) = -\frac{1}{4}\left(\frac{\partial}{\partial z} + \frac{\partial}{\partial x} \right) \bullet \beta(\mathbf{r}) = -\frac{1}{2}\left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) \bullet \left(\mathbf{K}_{\text{н}} \mathbf{u}(\mathbf{r}) \right)$$

1 — **Нормальная волна**

2 — **Аномальная волна**

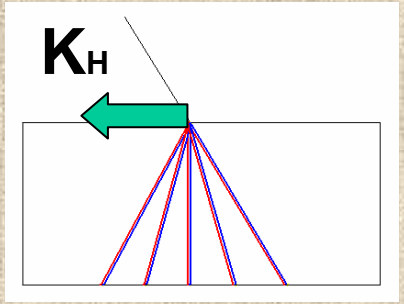
$$\mu_{1,2} \approx \frac{\mu}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_{hi}}{\chi_{0i}} \cdot \cos\varphi \right)$$

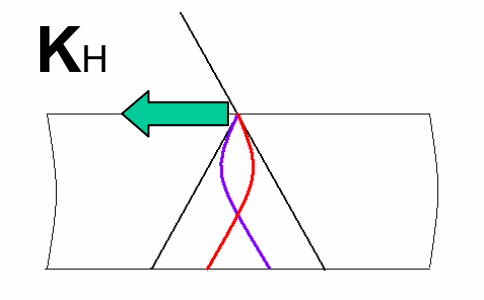
N.Kato J. Physical Soc.Jap.1963, 18,N12, 1785-1791; 1964, 19, N1, 67-77; 1964, 19, N6, 971-985
K.Kambe Z.Naturforsh., a20, 770, 1965
В.Л.Инденбом,Ф.Н.Чуховский Кристаллография 16, 6, 1101-1109 1971
В.Л.Инденбом,Ф.Н.Чуховский УФН 1972, 107, 2, 229-265

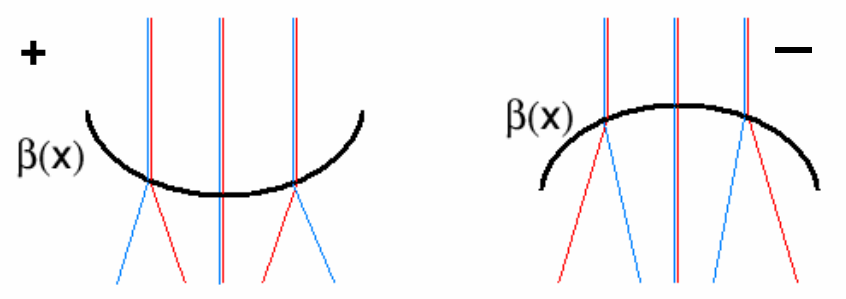
1 — Нормальная волна

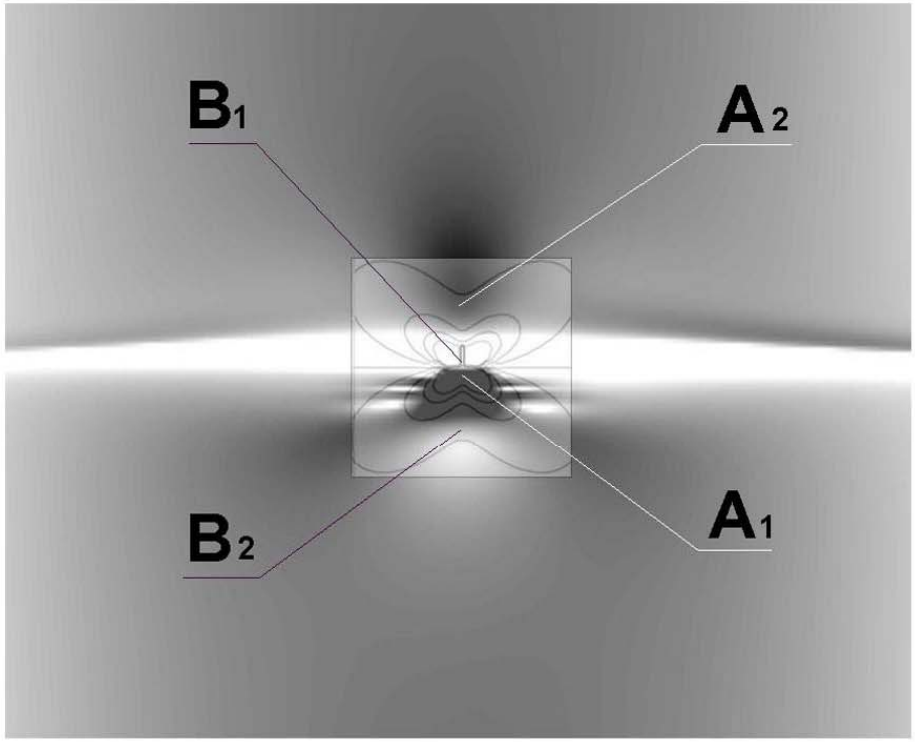
2 — Аномальная волна

$$\mu_{1,2} \approx \frac{\mu}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_{hi}}{\chi_{0i}} \cdot \cos\varphi\right)$$



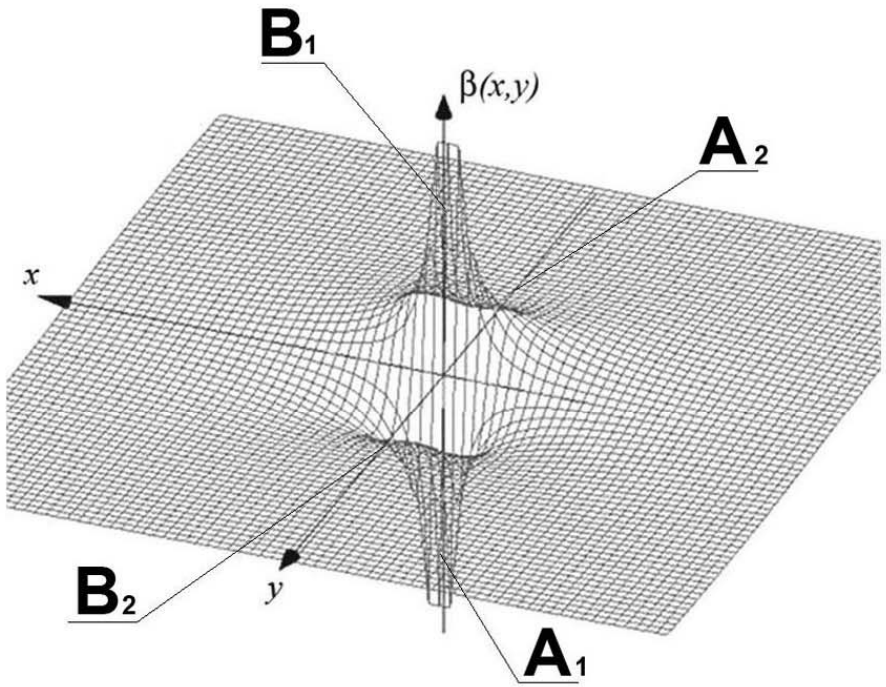




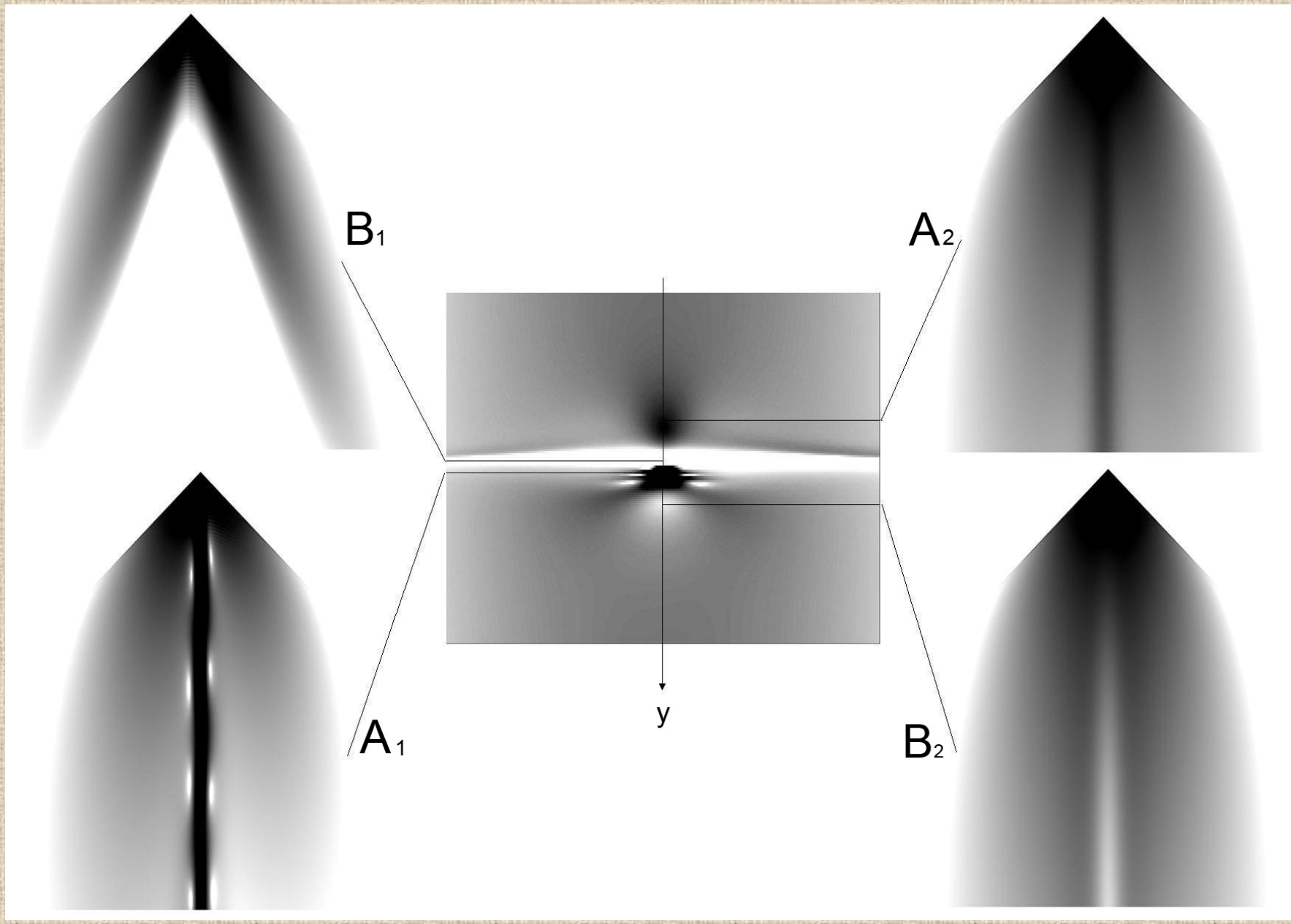


а

100 мкм

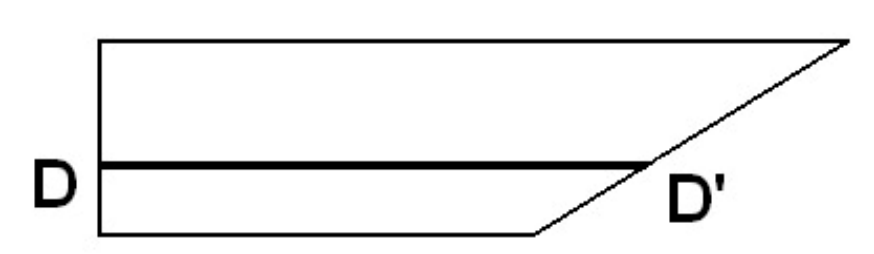


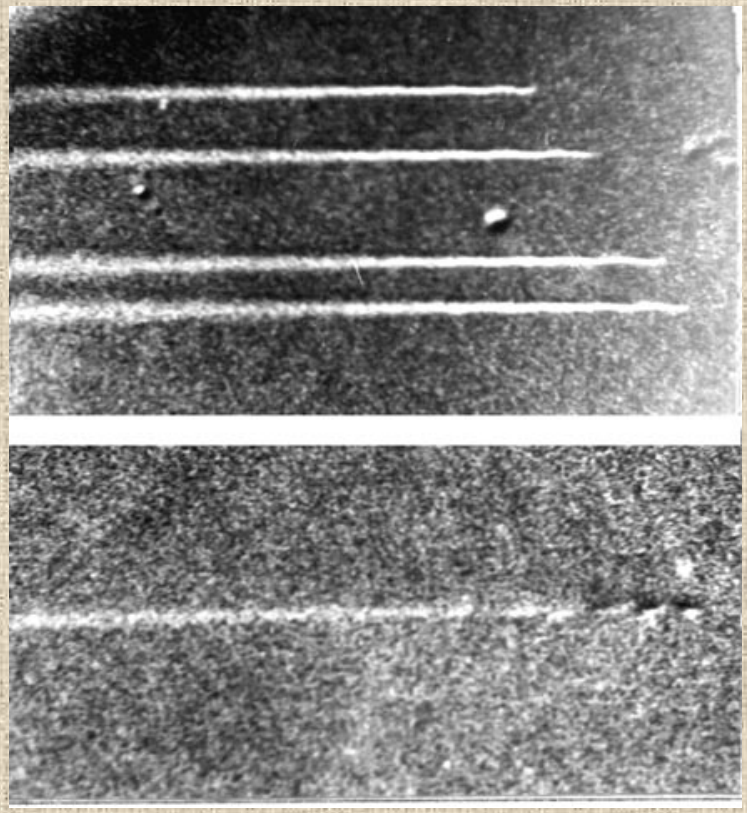
б


B1
A2
A1
B2
y

Рентгеновские топограммы монокристалла кремния с прямолинейными дислокациями, введенными при пластическом изгибе.

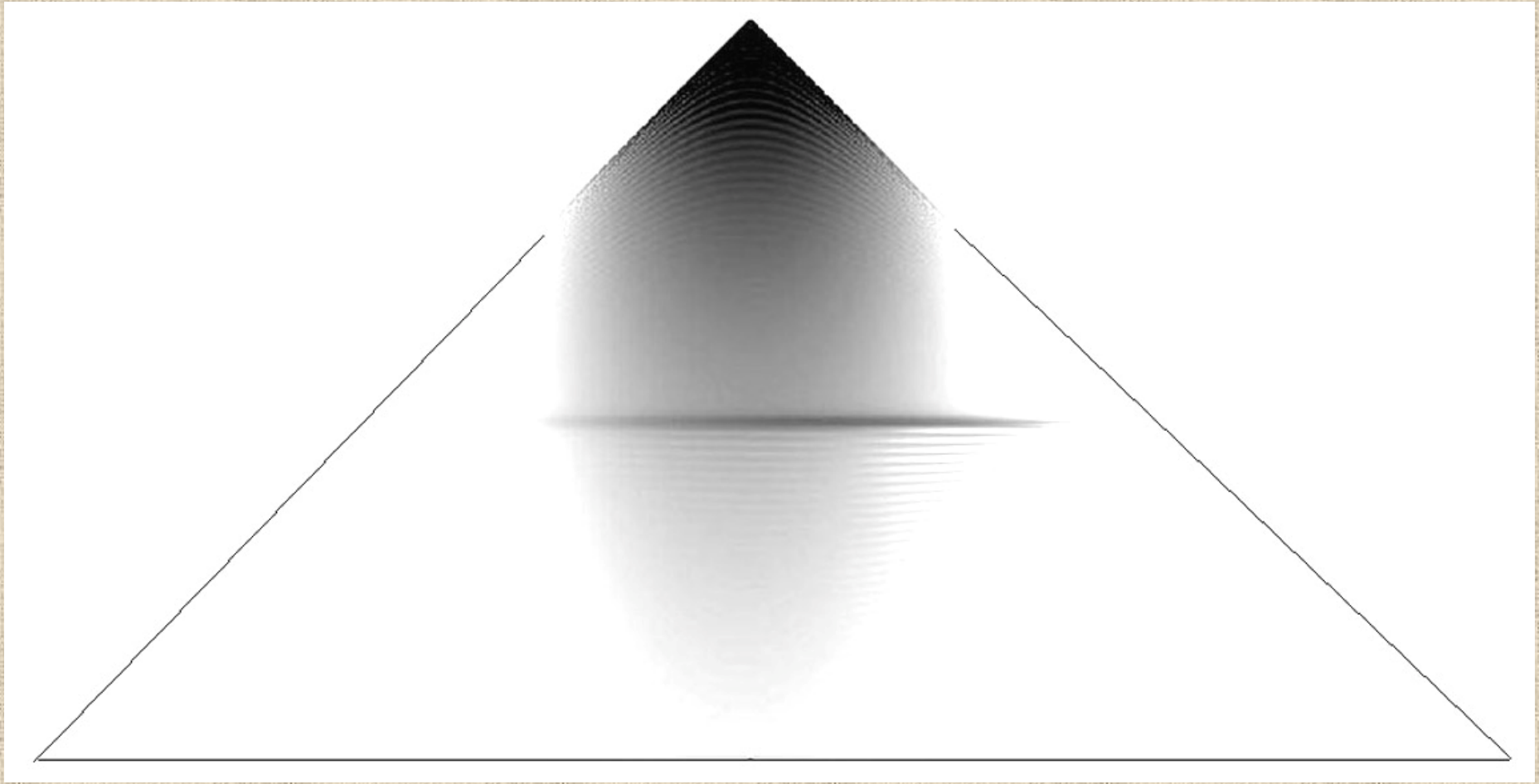
Кристалл имеет клиновидную форму,
поэтому на концах дислокаций, выходящих на поверхность, наблюдаются биения.
Излучение CuKa, отражение (220), толщина кристалла в толстой его части 3 мм.



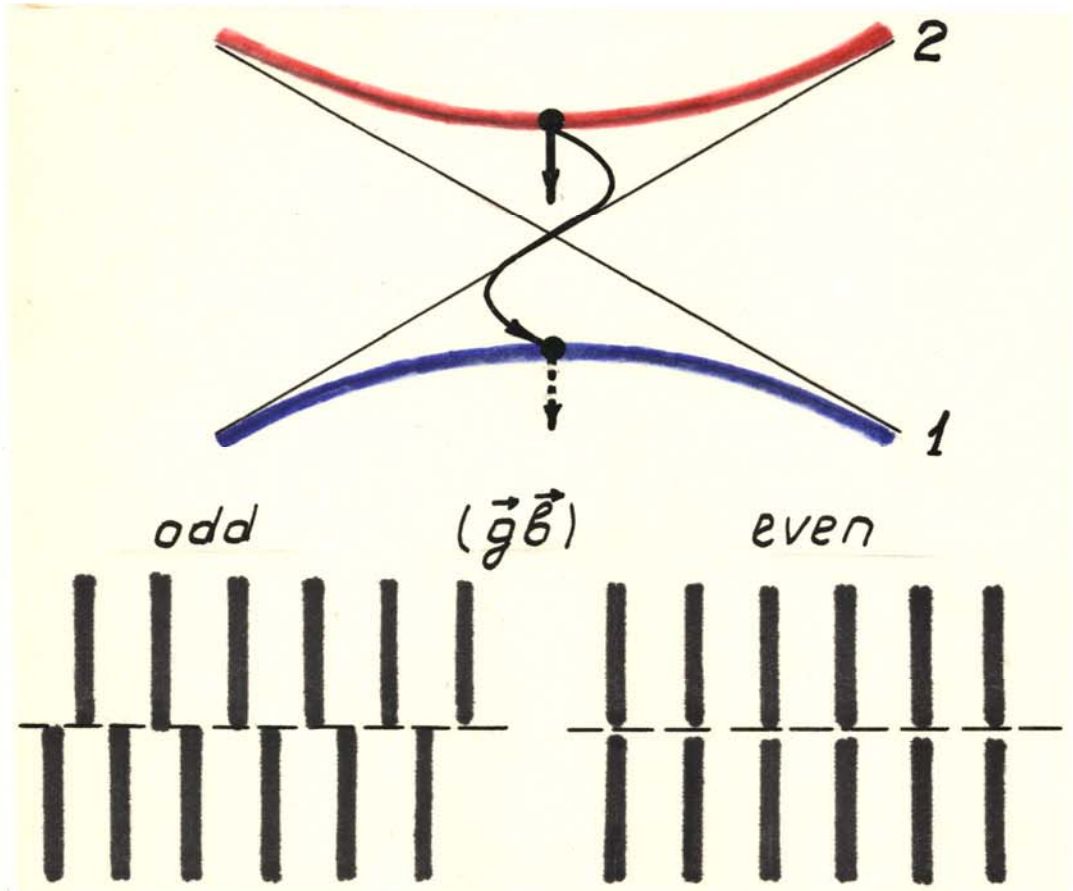


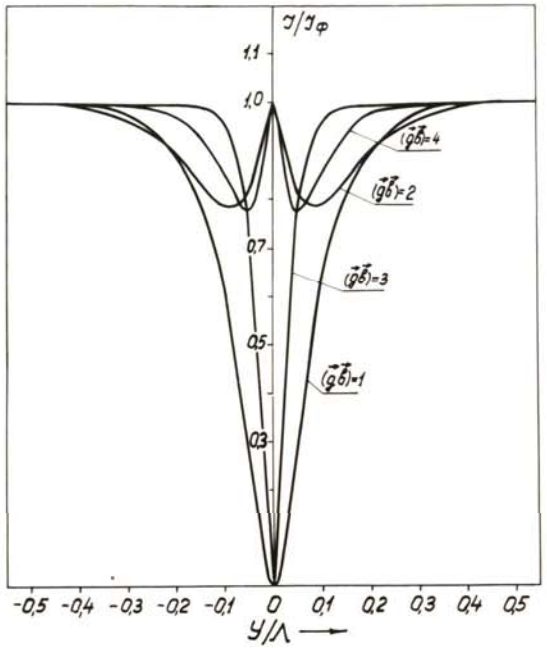
В.Л.Инденбом, В.М.Каганер, ЭВ.Суворов В.Мелинг Phys.Stat.Sol. (a)83, 1, 1984, p.195-205

Численное моделирование волнового поля в кристалле в плоскости рассеяния



Formation Mechanism of the Dislocation Contrast in the Case of Anomalous X-Ray Transmission





ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

3718 м

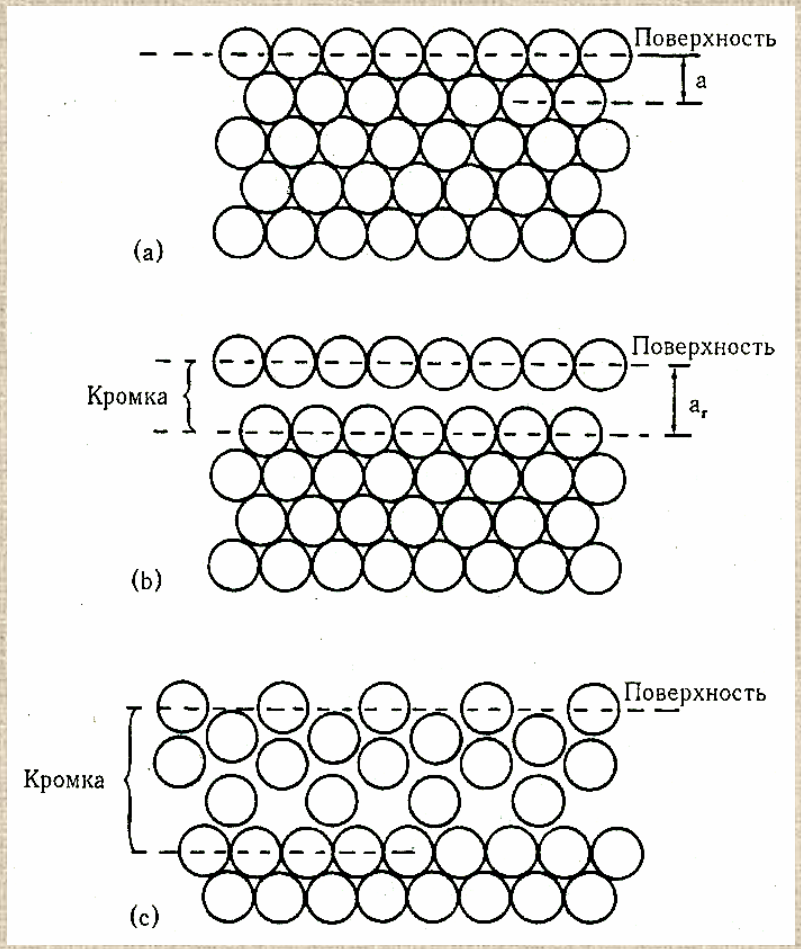
МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ

(обзор методов)

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Структура поверхности, как правило, отличается от структуры оъема



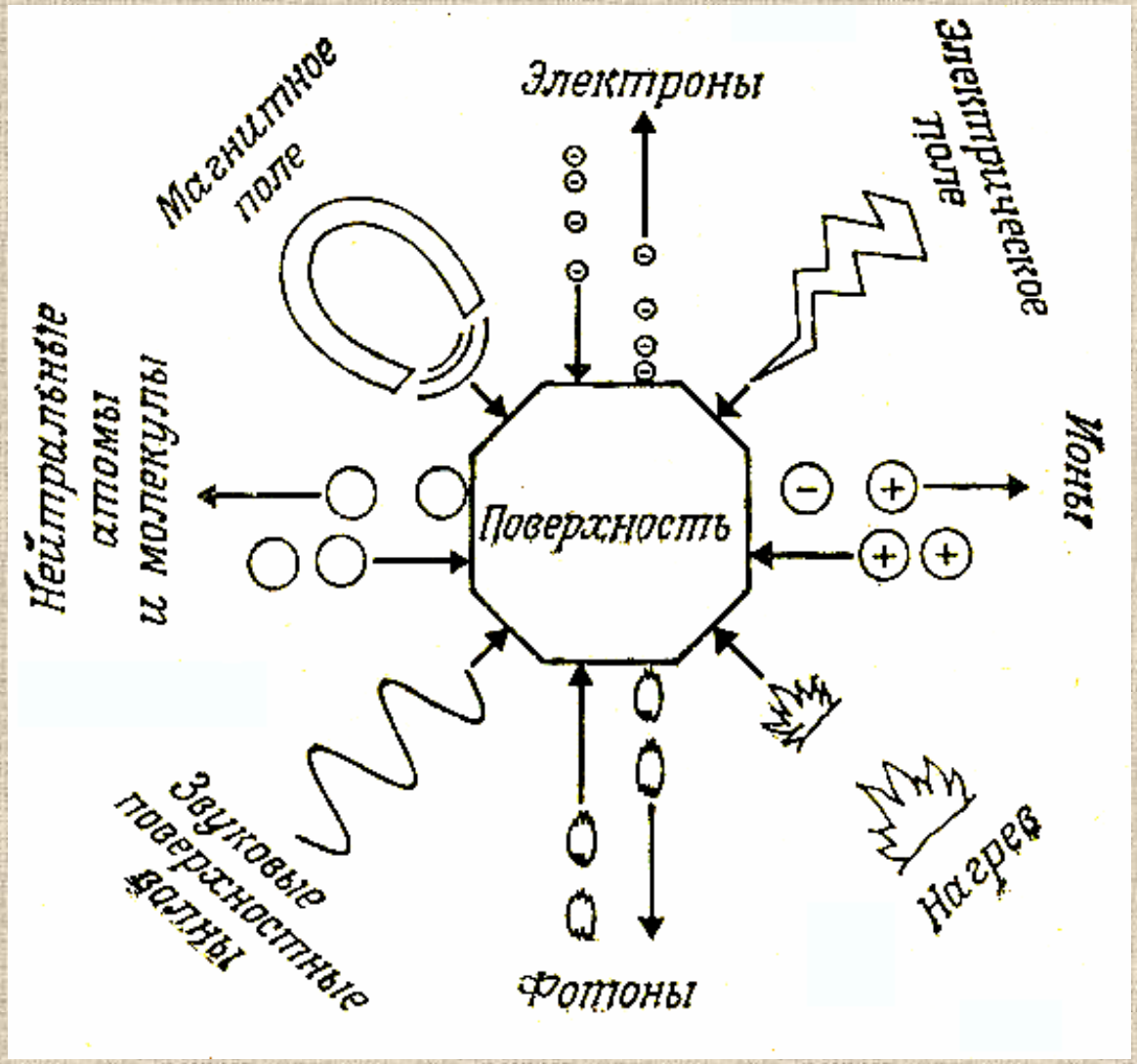
Перестройка (реконструкция) атомов на поверхности (гексагональная плотная упаковка) твердого тела.

а) – поверхностная плоскость сохраняет объемную структуру.

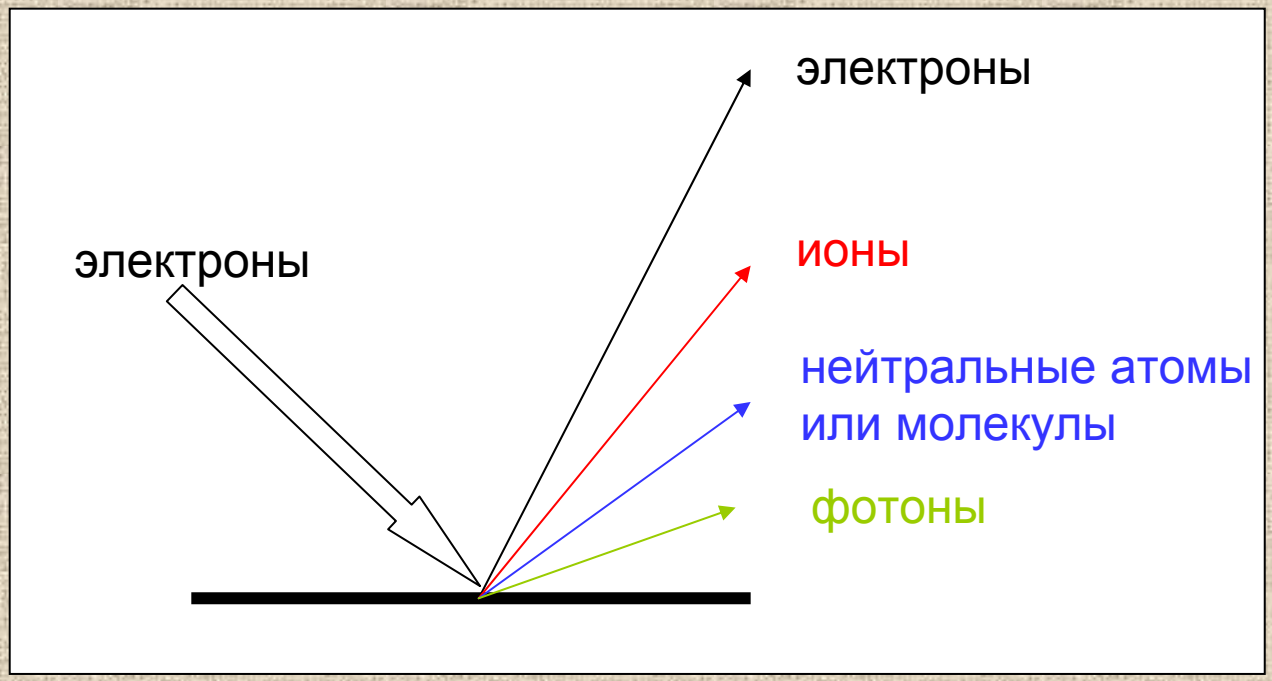
б) – релаксация поверхностной плоскости , сопровождающаяся удалением ее от поверхности;

в) – реконструкция четырех крайних атомных плоскостей.

Показаны некоторые виды воздействия на поверхность и регистрируемые ответные реакции

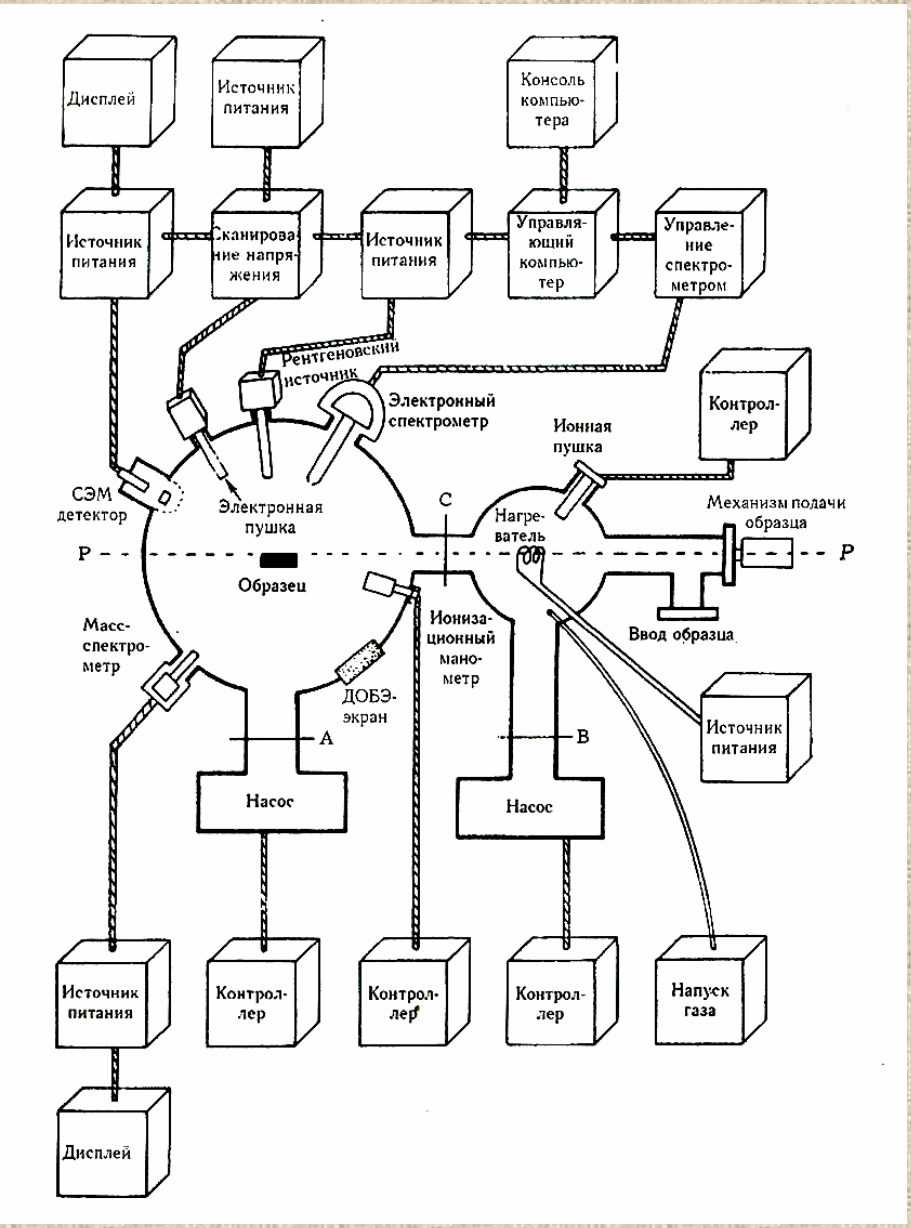


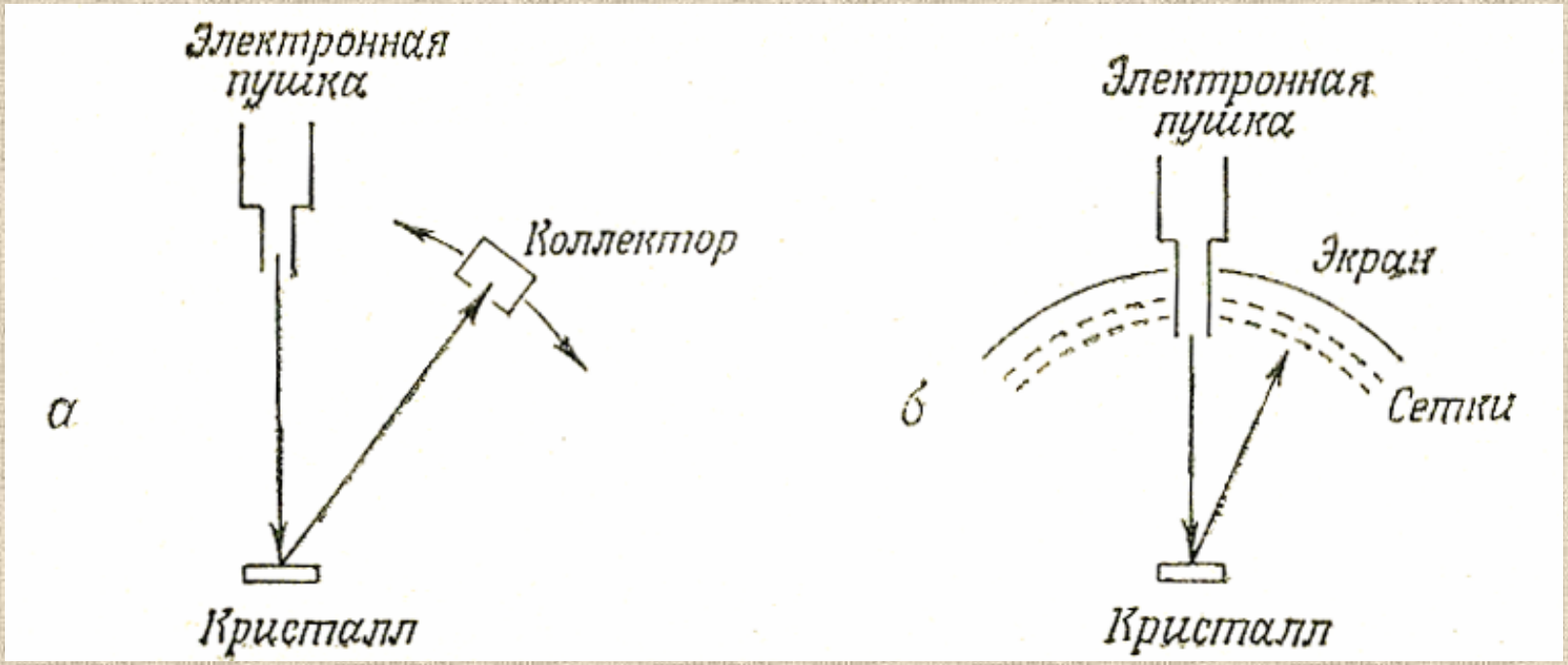
Методы основанные на электронном облучении



LEED **HEED** **RHEED** **ILEED** **AES**	Дифракция медленных электронов, Дифракция быстрых электронов, Дифракция отраженных быстрых электронов, Дифракция неупруго отраженных медленных электронов, Электронная оже-спектроскопия	**ДМЭ** **ДБЭ** **ДОБЭ** **ДНМЭ** **ЭОС**
EIID **EPSMS**	Электронно-стимулированная ионная десорбция Масс-спектроскопия с электронным поверхностным зондом	**ЭСИД** **МСЭПЗ**
EID **SDMM**	Электронно-стимулированная десорбция Микроскоп десорбция поверхностных молекул	**ЭСД** **СДММ**
CIS **APS**	Спектроскопия характеристического излучения Спектроскопияч пороговых потенциалов	**СХИ** **СПП**

Схема типичной сверхвысоковакуумной системы для исследования поверхности.



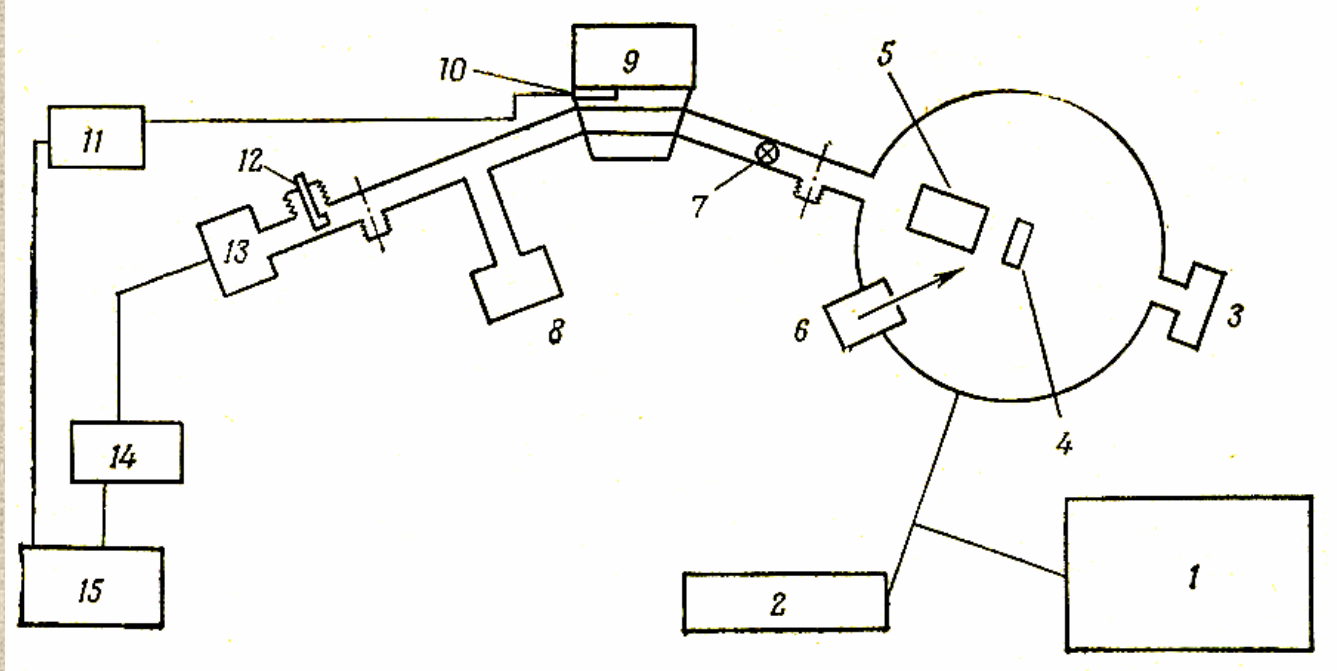


Схемы установок для анализа поверхности методом ДМЭ

а) – электронная дифрактометрия;

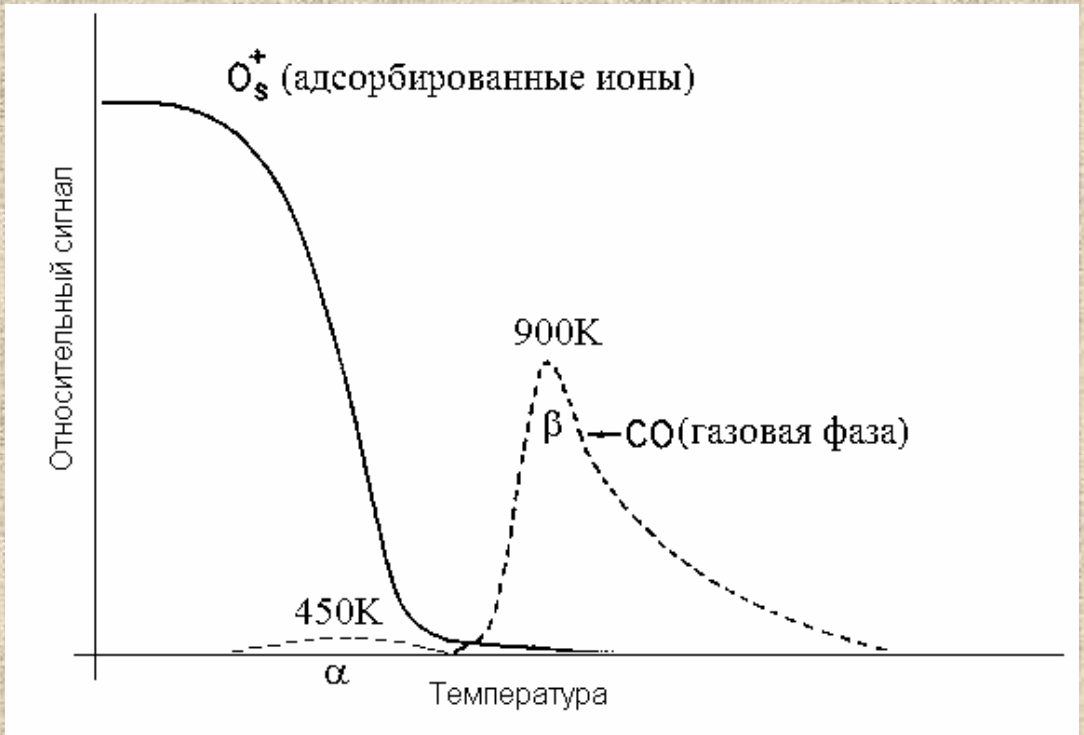
б) – Наблюдение электронной дифракционной картины на экране

Схема установки для анализа поверхности методом электронно-стимулированной десорбции

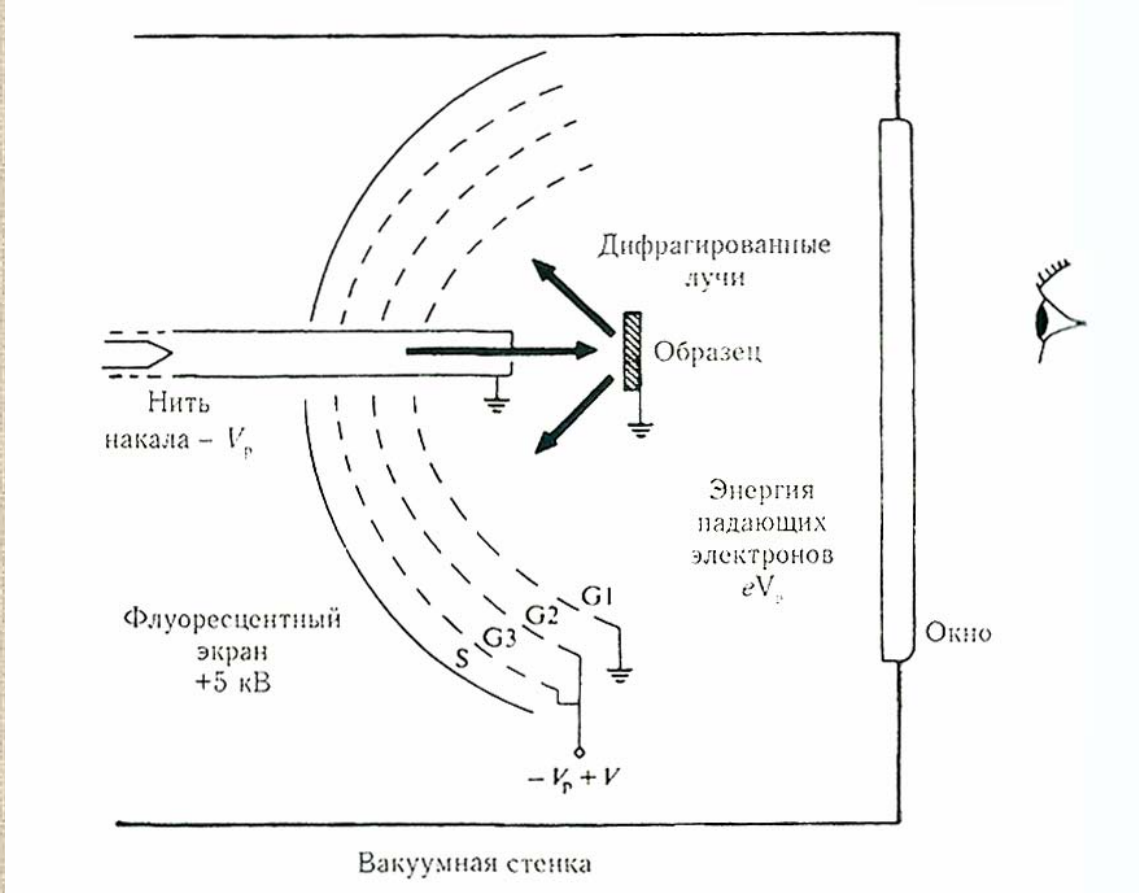


1-система свервысоковакуумной откачки;
2-резервуар с газом;
3-массспектрометр с фокусировкой на 180^0;
4- образец;
5-ионизационная камера с фокусирующей линзой;
6-электронная пушка;
7-вакуумная заслонка;
8-ионный насос;

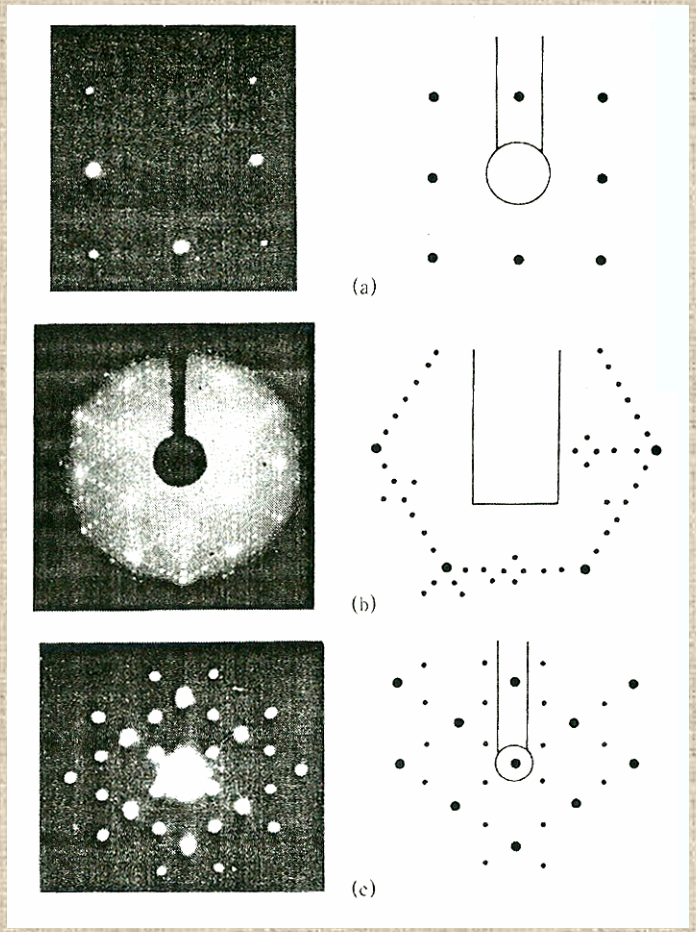
9-электромагнит;
10-холловский датчик;
11-гауссметр;
12-цилиндр фарадея;
13-электронный умножитель;
14-электрометр;
15-монитор



Ионный сигнал O_s^+ адсорбированной окиси углерода и сигнал CO^+ из газовой фазы в зависимости от температуры поверхности при ее изменении от 300 1300K со скоростью 45 K/c. Кривые показывают, как выглядят данные, полученные с использованием одновременно двух методов (ЭСИД и метода вспышки).



Методика наблюдения картины ДМЭ на экране S; G1,G2,G3 – сферические сетки центры которых находится на поверхности образца;
Падающий пучек фокусируется в пятно диаметром 0,1-1,0 мм и имеет ток ~10мка и энергию 10-100 эв

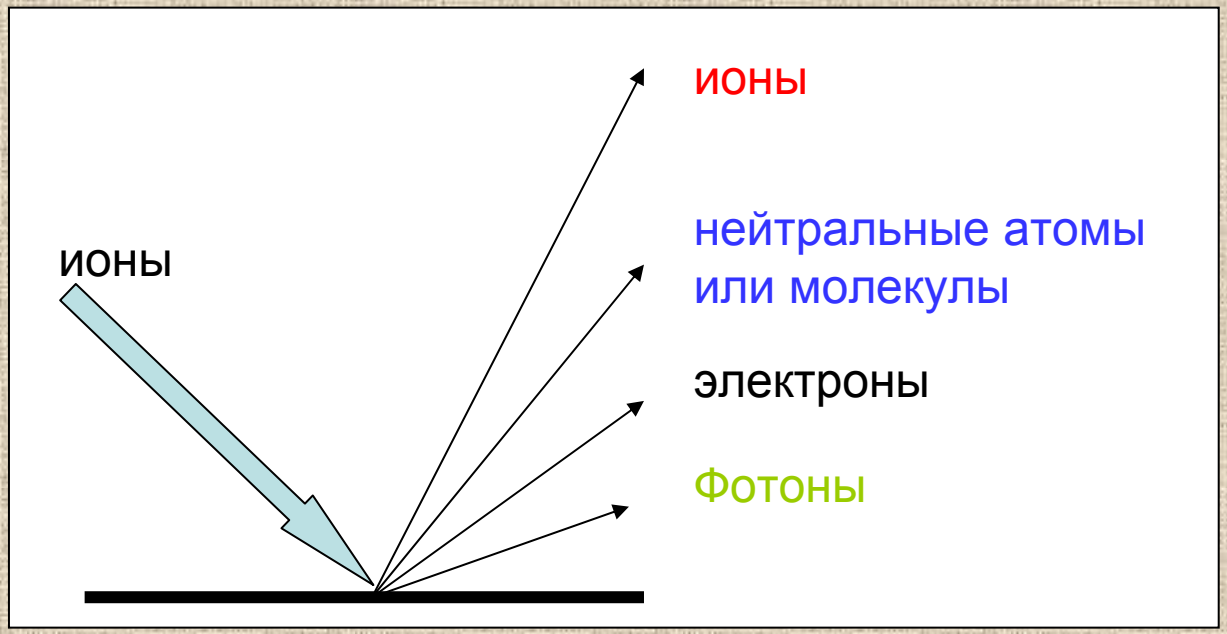


Типичные ДМЭ картины.
а) – чистая поверхность Cu(111). Видны пятна от неискаженной объемной плоскости (100). Энергия первичного пучка 150 эв.

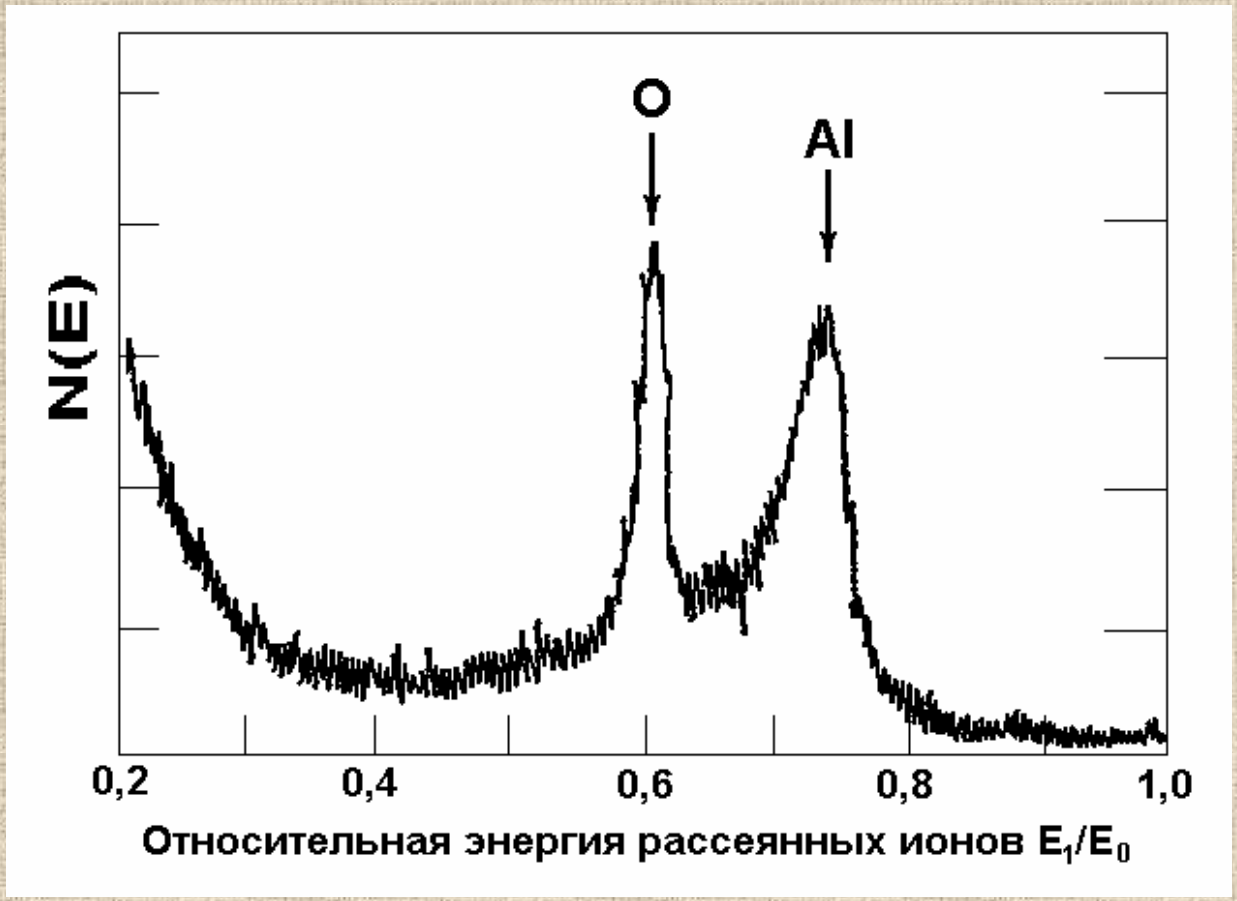
б) – Чистая поверхность Si(111). Между шестью яркими рефлексами, возникающими от объемной плоскости, наблюдаются дополнительные слаюые пятна. Эти рефлексы соответствуют поверхностной ячейке параллельной подложке, но имеющей длину сторон в 7 раз большую. Такая поверхность обозначается Si(111)(7x7) или Si(111)7. Энергия первичного пучка 42 эв.

с) – Картина ДМЭ от поверхности W(110) с адсорбированным кислородом (обозначается W(110)(2x1)O). Энергия первичного пучка 53 эв.

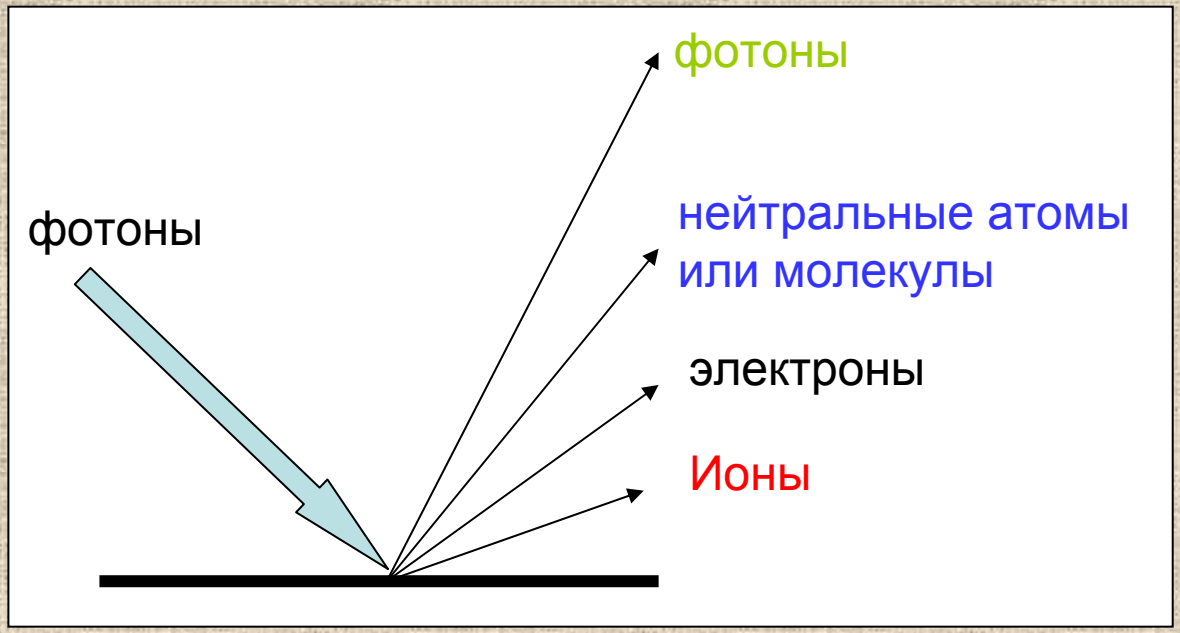
Методы основанные на облучении ионами



ISS SIMS	Спектрометрия ионного рассеяния Вторично-ионная массспектрометрия	СИР ВИМС
	Распыление	
INS	Ионно-нейтрализационная спектроскопия	ИНС
IMXA PIX	Ионный рентгеновский микроанализ Протонный микроанализ	ИМАР ПИР


O
Al
N(E)
0,2
0,4
0,6
0,8
1,0
Относительная энергия рассеянных ионов E_1/E_0

Зондирование фотонами



	Инфракрасное поглощение **Комбинационное рассеяние лазерного излучения** **эллипсометрия**	
	фотодесорбция	
XPS **ESA**	**Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия**	**РФЭС**
FSDI	**Фотрстимулированная десорбция ионов**	**ФСДИ**

ESCALAB 250 Xi

Многофункциональная система для фотоэлектронной спектроскопии, которая позволяет проводить полный спектр РФЭС исследований. Прибор обладает уникальными возможностями построения РФЭ изображений выбранного участка поверхности в параллельном режиме (без необходимости сканирования). Отличается высоким спектральным разрешением, чувствительностью, высокой скоростью регистрации. В стандартном исполнении комплекс обладает возможностью регистрации спектров ионного рассеяния, комплектуется модулями оже-спектроскопии, ультрафиолетовой фотоэлектронной спектроскопии, сканирующей электронной и оже-микроскопии.

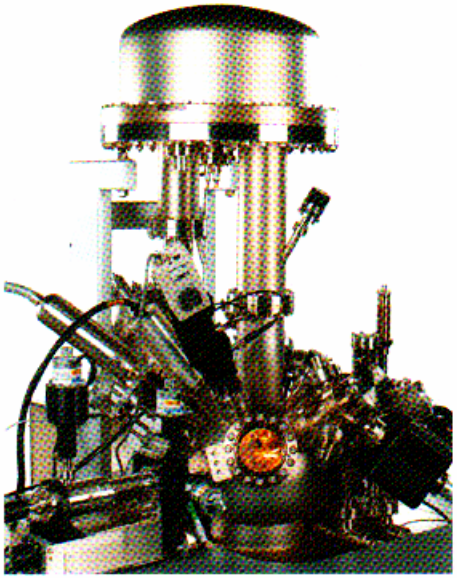


Схема сканирующей зондовой микроскопии

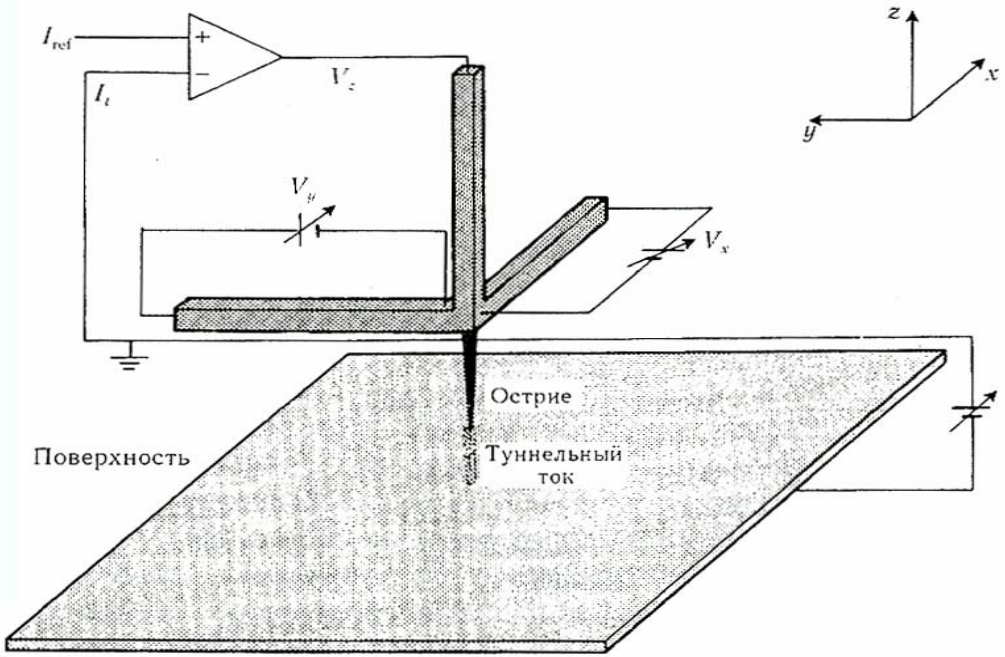
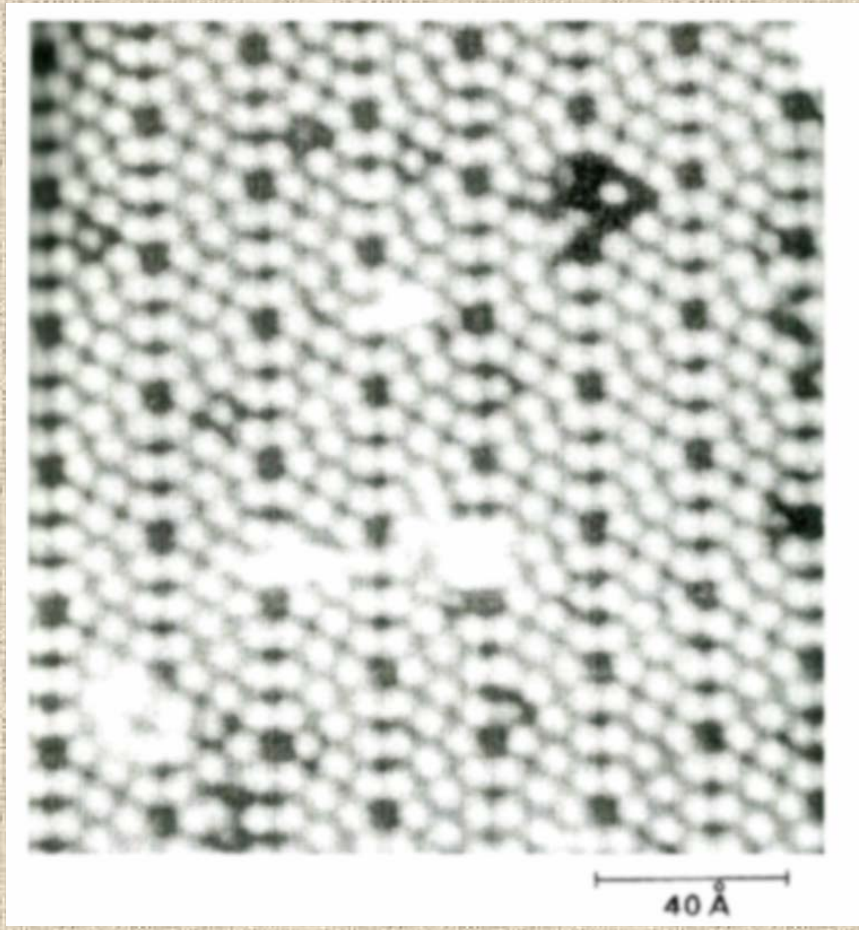


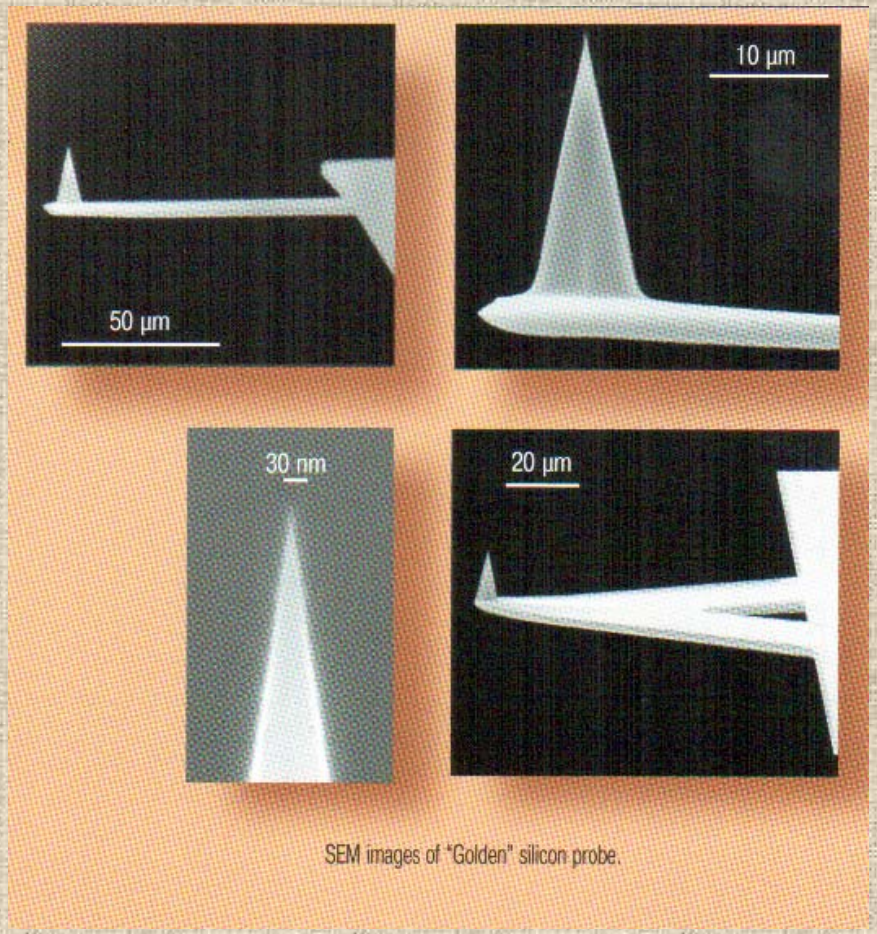
Рис. 3.29. Схема устройства сканирующего туннельного микроскопа. z-пьезоэлектрический датчик контролирует расстояние между острием и поверхностью. Пьезодвигатели x и y сканируют острие параллельно поверхности.

z – пьезодатчик, контролирующий расстояние между поверхностью и иглой (контеливер);
пьезодвигатели x,y-осуществляют сканирование кантеливера по воверхности образца.



Картина поверхности образца Si(111)7x7, полученная при туннельном напряжении 2 в и туннельном токе 2 на. Игла имеет отрицательны потенциал относительно поверхности кремния, поэтому контраст меняется от точки к точке в соответствии с изменением плотности незанятых состояний на поверхности кремния. Расстояние между соседними черными и белыми пятнами составляет 1,5 ангстрема.

Внешний вид зондового микроскопа фирмы NTEGRA



SEM images of "Golden" silicon probe.

SEM – изображение зонда (кантеливера)

Литература

1. Методы анализа, поверхностей под редакцией А.Зандерны, Москва, МИР,1979

2. М.Праттон Введение в физику поверхности, Москва, Ижевск, 2000

Резюме

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

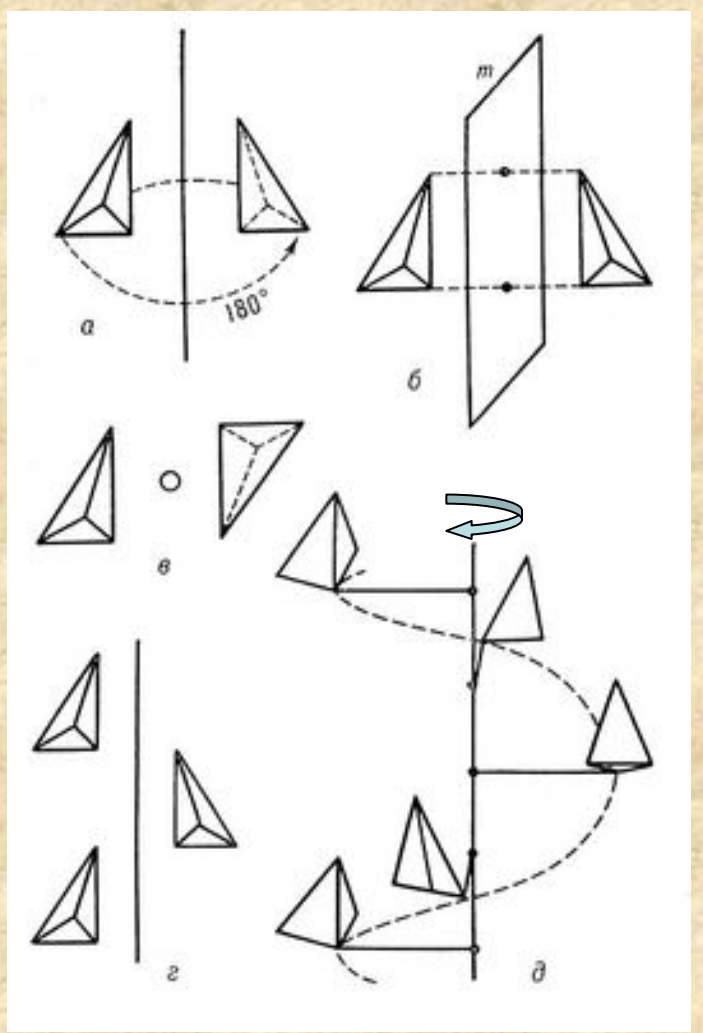
(некоторые аспекты)

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

СИММЕТРИЯ КРИСТАЛЛОВ

Основные операции симметрии кристаллов



а) - поворот (ось симметрии 2-ого порядка);
б) - отражение (плоскость симметрии);
в) - инверсия (центр симметрии);
г) - скользящее отражение (плоскость скользящего отражения);
д) – винтовой поворот (винтовая ось 4-ого порядка)

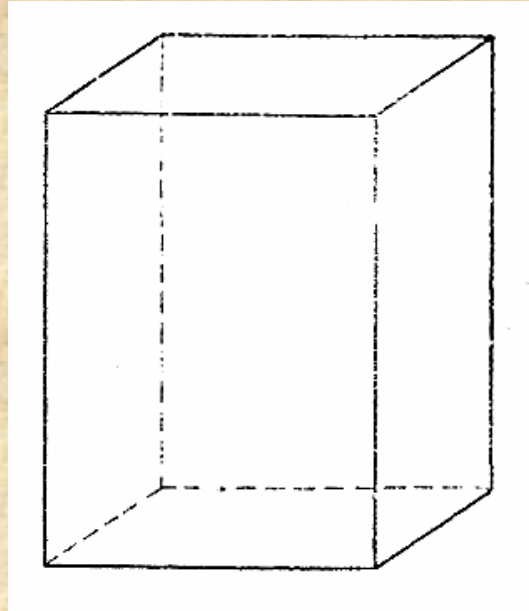
$$\alpha_n = \frac{2\pi}{n}$$

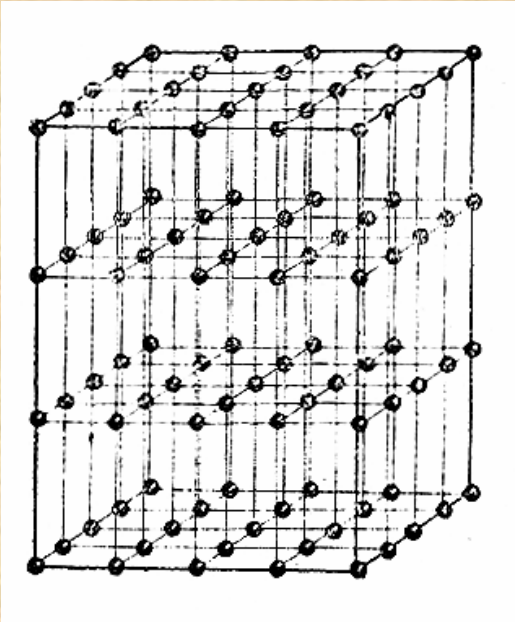
$$n = 1, 2, 3, 4, 6$$

ось n=5 в кристаллах отсутствует!!!

***m* – зеркальная плоскость симметрии**

Внешняя форма
и внутренняя структура кристалла





Многогранник

⇩

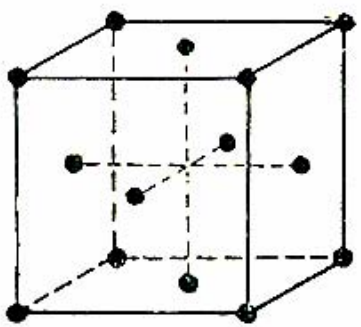
Точечные группы симметрии
32 - группы

Кристаллическая решетка

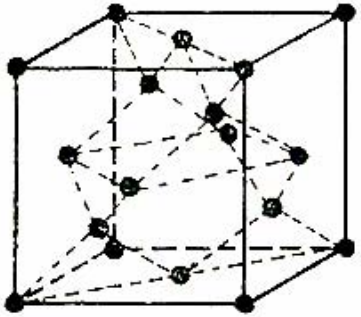
⇩

Пространственные группы симметрии
230 - групп

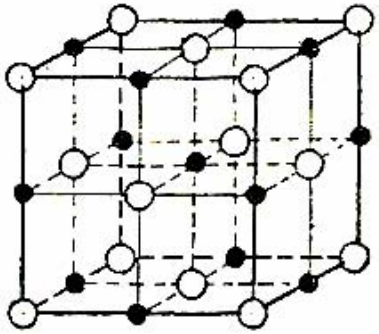
Примеры некоторых кристаллических структур



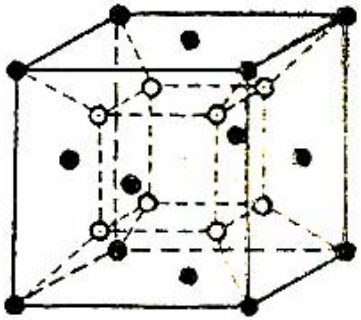
Cu



Алмаз

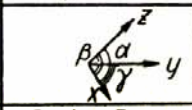
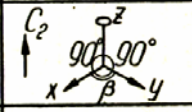
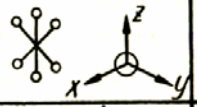
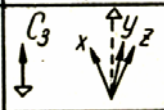
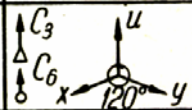
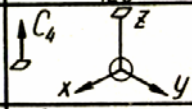
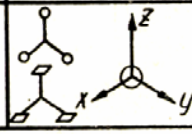


NaCl



CaF_2

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ (СИНГОНИИ) И РЕШЕТКИ БРАВЭ

N	Кристаллическая система (сингония)	Главная ось симметрии	Обозначение	Расположение осей симметрии и направление осей координат	Элементарная ячейка, ее ребра и углы	Решетки Бравэ			
						Простые (примитивные) [[000]] z=1	Сложные		
							базо-центр. [[000; 1/2 1/2 0]] z=2	объемно-центр. [[000; 1/2 1/2 1/2]] z=2	гране-центр. [[000; 1/2 1/2 0; 1/2 0 1/2; 0 1/2 1/2]] z=4
1	Триклинная	C_1	tr		Косоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha \neq \beta \neq \gamma$	Γ_{tr}	—	—	—
2	Моноклинная	C_2	m		Прямая призма, в ее основании параллелограмм $a \neq b \neq c$, $\alpha = \gamma = 90° \neq \beta$	Γ_m	—	Γ_m'	
3	Ромбическая	$3C_2$ *	o		Прямоугольный параллелепипед $a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_o	Γ_o'	Γ_o''	Γ_o'
4	Ромбоэдрическая	C_3	rh		Ромбоэдр $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	Γ_{rh}	—	—	—
5	Гексагональная	C_3 ** или C_6	h		Прямая призма, в ее основании правильный ромб $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = 90°$ $\gamma = 120°$	Γ_h	—	—	—
6	Тетрагональная	C_4	t		Квадратная призма $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_t	—	Γ_t'	
7	Кубическая	$3C_2$ *** или $3C_4$	c		Куб $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Γ_c	—	Γ_c'	Γ_c''

*) Оси симметрии неэквивалентны

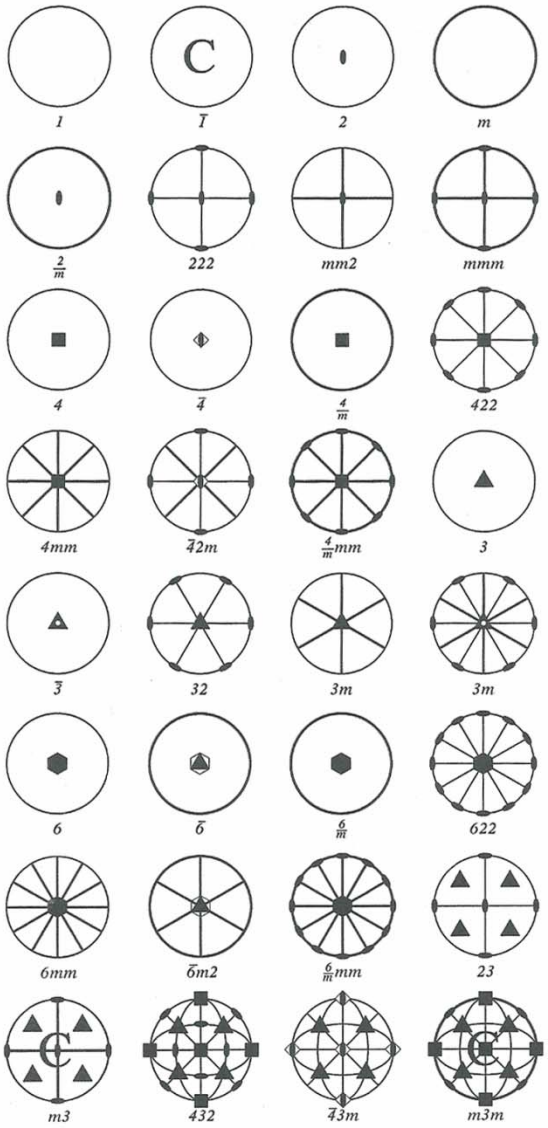
**) В отличие от ромбоэдрических кристаллов здесь основные трансляции перпендикулярны к главной оси

***) Оси симметрии эквивалентны

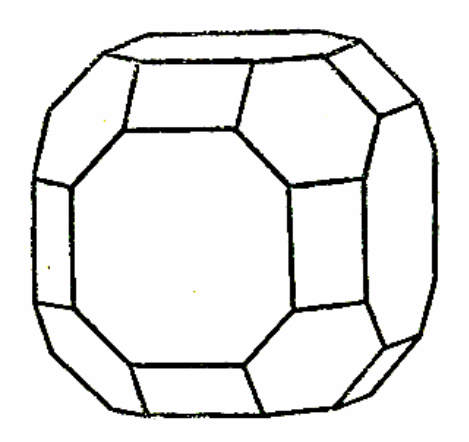
32-точечные группы симметрии

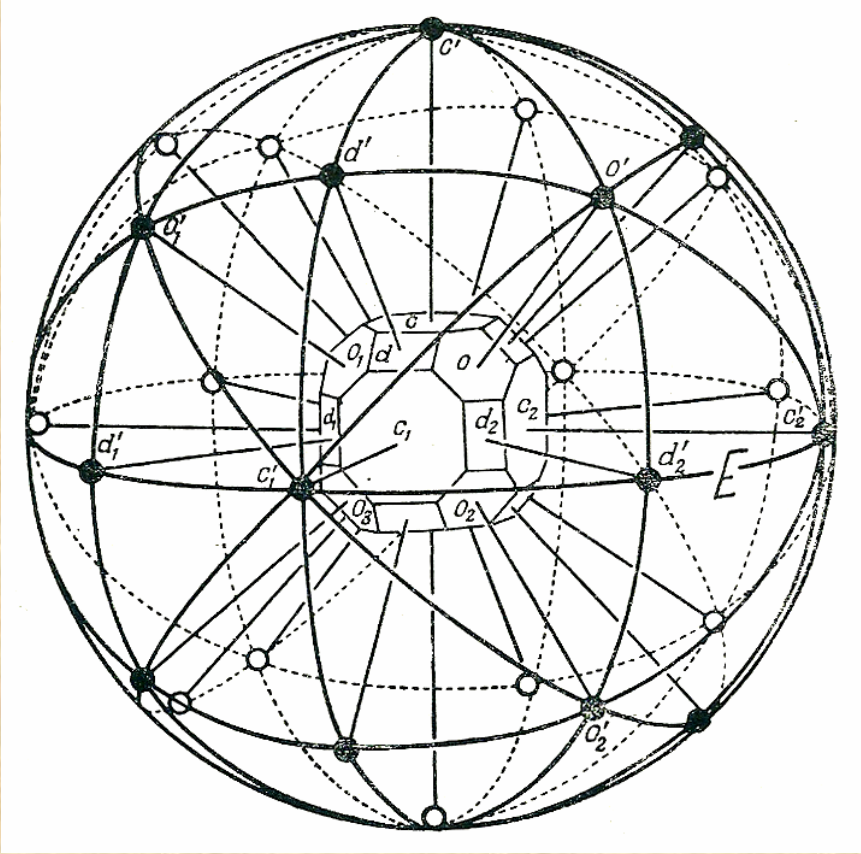
№	Сингония	Обозначения			Порядок группы
		По Шенфлису	По Герману-Могену	По Бравэ	
1	Триклинная	C_1	1	L_1	1
2		C_i	$\bar{1}$	C	2
3	Моноклинная	C_2	2	L_2	2
4		C_s	m	P	2
5		C_{2h}	$2/m$	L_2PC	4
6	Ромбическая	D_2	222	$3L_2$	4
7		C_{2v}	$mm2$	L_22P	4
8		D_{2h}	mmm	$3L_23PC$	8
9	Тетрагональная	C_4	4	L_4	4
10		C_{4h}	$4/m$	L_4PC	8
11		D_4	422	L_44L_2	8
12		C_{4v}	$4mm$	L_44P	8
13		D_{4h}	$4/mmm$	L_44L_25PC	16
14		S_4	$\bar{4}$	L_{4i}	4
15		D_{2d}	$\bar{4}2m$	$L_{4i}2L_22P$	8
16	Тригональная	C_3	3	L_3	3
17		C_{3i}	$\bar{3}$	$L_{3i}C$	6
18		D_3	32	L_33L_2	6
19		C_{3v}	$3m$	L_33P	6
20		D_{3d}	$\bar{3}m$	$L_{3i}3L_23PC$	12
21	Гексагональная	C_6	6	L_6	6
22		C_{6h}	$6/m$	L_6	12
23		D_6	622	L_66L_2	12
24		C_{6v}	$6mm$	L_66P	12
25		D_{6h}	$6/mmm$	L_66L_27PC	24
26		C_{3h}	$\bar{6}$	L_3P	6
27		D_{3h}	$\bar{6}m2$	L_33L_24P	12
28	Кубическая	T	23	$3L_24L_3$	12
29		T_h	$m3$	$3L_24L_33PC$	24
30		O	432	$3L_44L_36L_2$	24
31		T_d	$\bar{4}3m$	$3L_{4i}4L_36P$	24
32		O_h	$m3m$	$3L_44L_36L_29PC$	48

Стереографические проекции 32-точечных групп симметрии



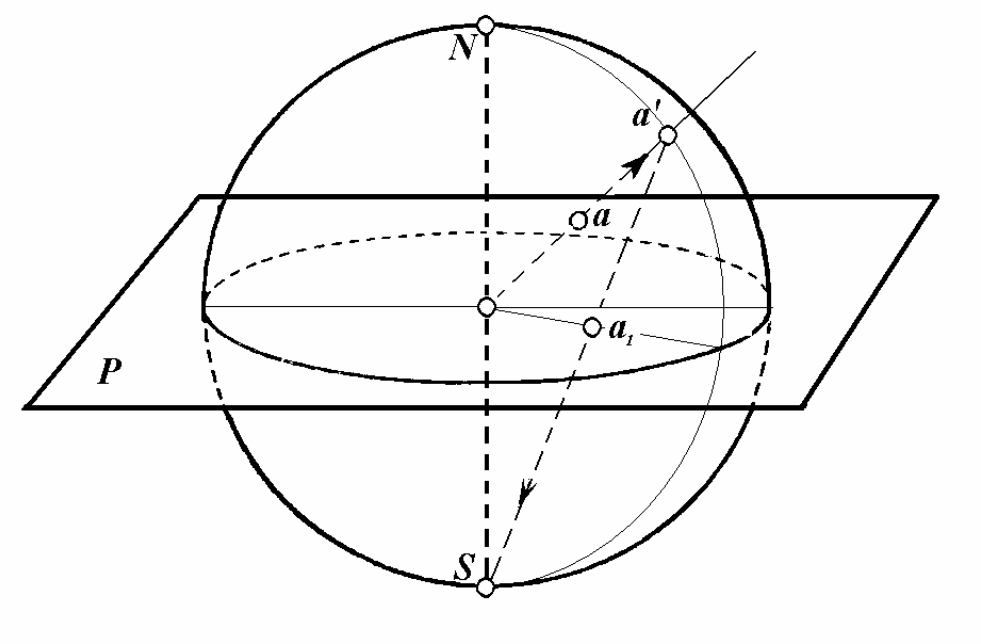
Построение кристаллографического комплекса для кубического кристалла





Заменим все плоскости их нормалями и затем с ведем их в одну точку. Эта совокупность нормалей называется **кристаллографическим комплексом**. Построим вокруг этого пучка прямых линий сферу. Тогда точки пересечения этих линий со сферой называются сферической проекцией указанных выше плоскостей.

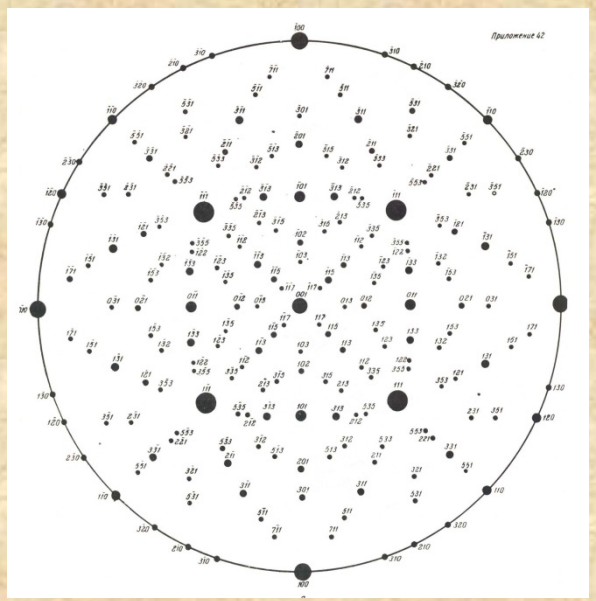
СТЕРЕОГРАФИЧЕСКАЯ ПРОЕКЦИЯ



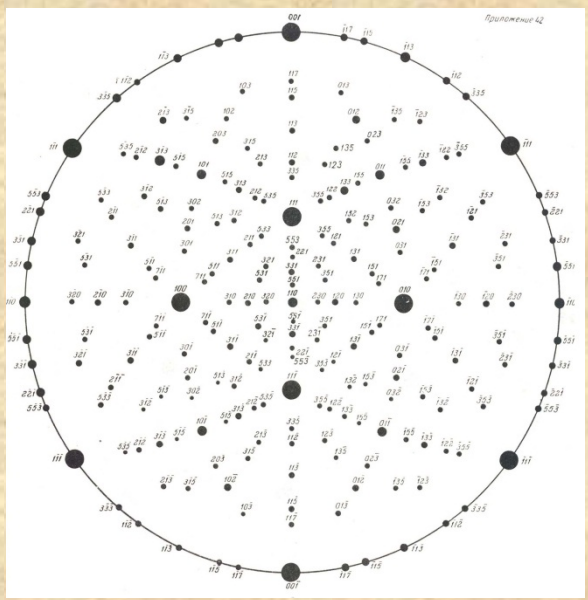
Точка «а» в пространстве V проектируется на поверхность сферы
- точка «а’» это сферическая проекция;
- проекция этой точки «а’» на плоскость Р, т.е. точка «a_1»
носит название стереографической проекции

Стереографические проекции кубического кристалла

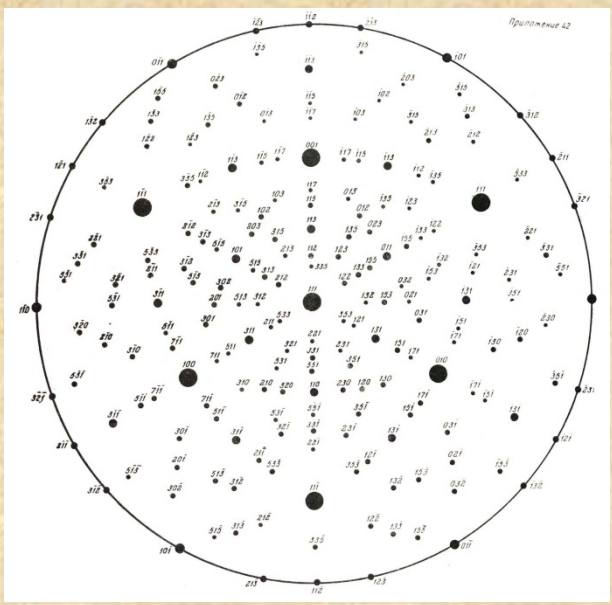
Выходы нормалей к плоскостям кристалла



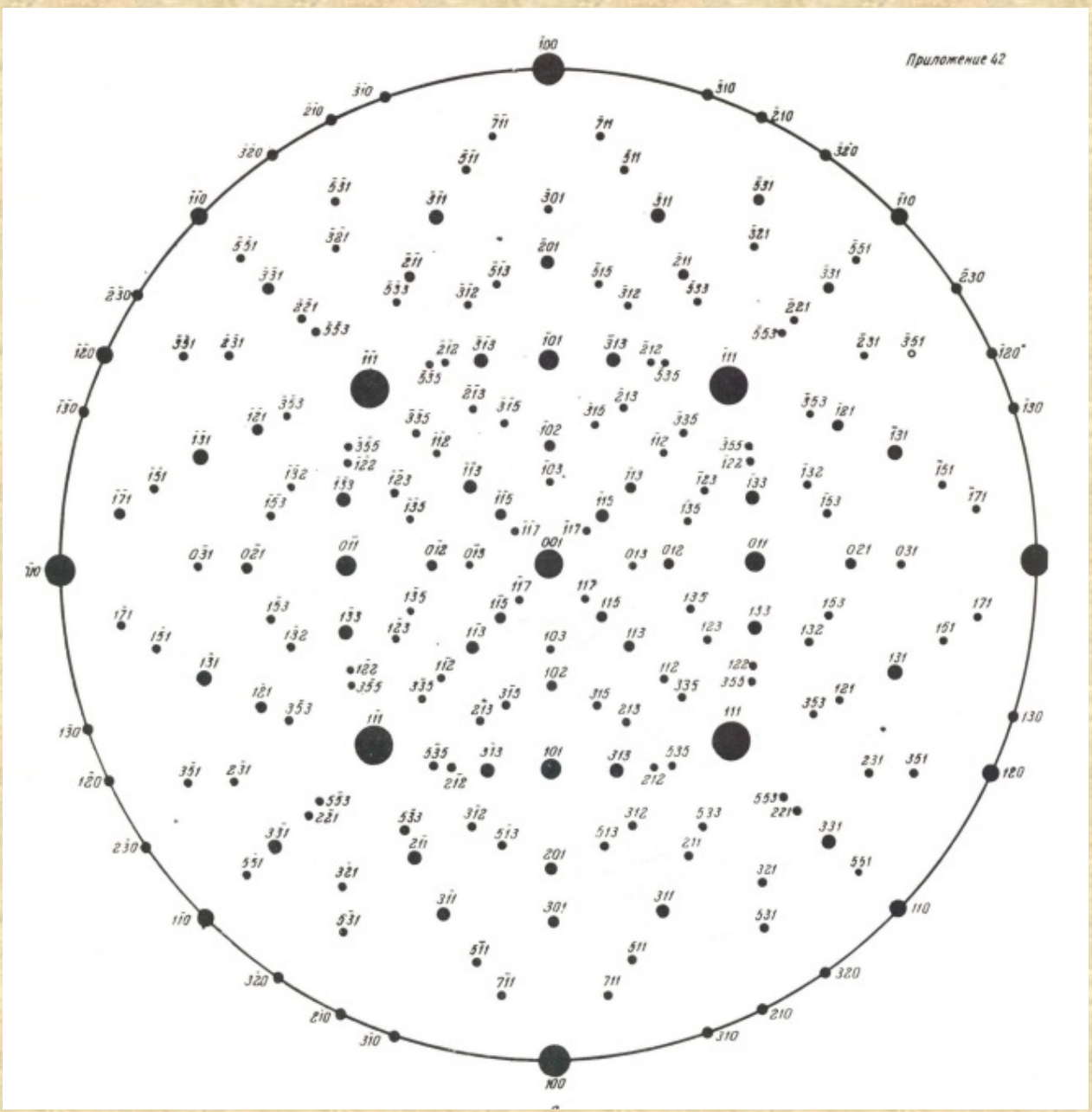
(001)



(110)



(111)

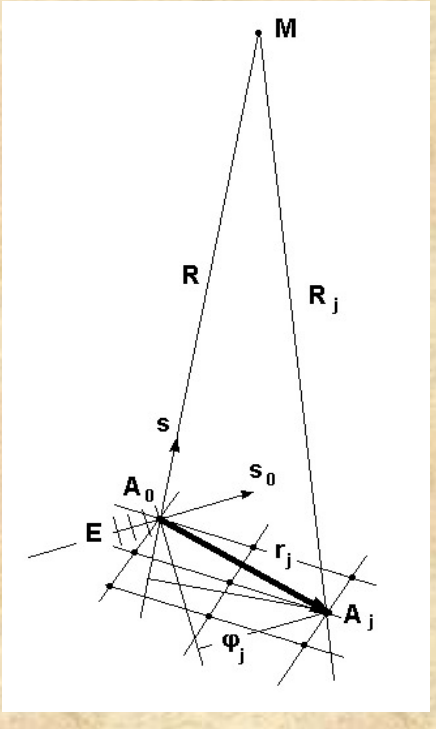


Стереографическая проекция (001)

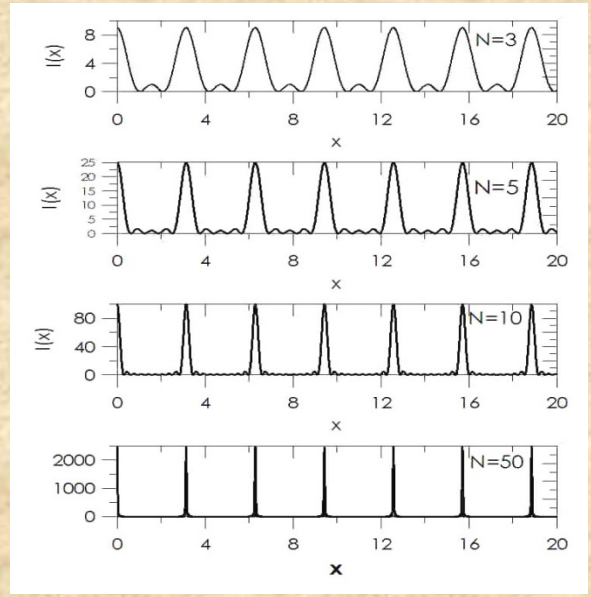
ОСНОВЫ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

ВВЕДЕНИЕ
В КИНЕМАТИЧЕСКОЕ ПРИБЛИЖЕНИЕ
В ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

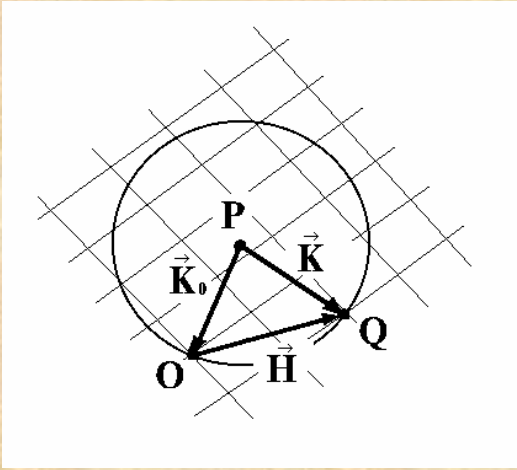
$$\mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$



$$I = \left(\frac{E}{R}\right)^2 \cdot \prod_{a,b,c}^{3} \frac{\sin^2(N\Psi_a)}{\sin^2(\Psi_a)}$$



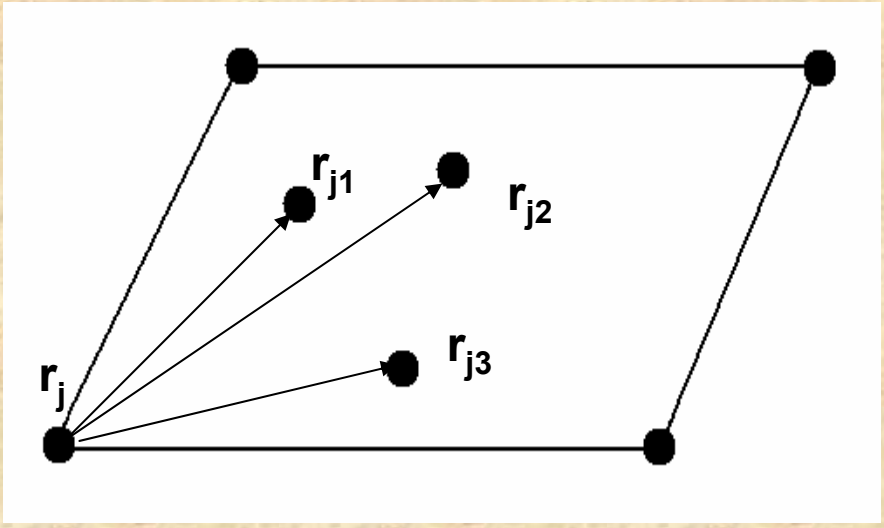
$$\begin{cases} \Psi_1 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{a} \right] = \pi h, \\ \Psi_2 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{b} \right] = \pi k, \\ \Psi_3 = \dfrac{\pi}{\lambda} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{c} \right] = \pi l \end{cases}$$



$$\mathbf{s} - \mathbf{s_0} / \lambda = \mathbf{H}$$

$$\mathbf{K} - \mathbf{K_0} = \mathbf{H}$$

Рассеяние на сложной решетке с базисом



$$\mathbf{r_j} = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$$

$$\mathbf{r_m} = \mathbf{a}u_m + \mathbf{b}v_m + \mathbf{c}w_m$$

$$\mathbf{r_{mj}} = \mathbf{r_m} + \mathbf{r_j}$$

m меняется от *1* до *M*; *u ,v ,w* -правильные дроби, определяющие координаты атомов базиса, причем при *j=1 rm=0*, что соответствует атомам примитивной решетки.

$$\mathbf{E} = \sum_{m,j} f_{mj} \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r_{mj}}\right)} = \sum_{j} f_j \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r_j}\right)} \cdot \sum_{m} f_m \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r_m}\right)} = \mathrm{L}\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}\left(\mathbf{H},\mathbf{r_m}\right)$$

$$\mathrm{F}\left(hkl\right) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{ik\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r}_m\right)} = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i\left(\mathbf{H},\mathbf{r}_m\right)} = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i\left(u_m h+v_m k+w_m l\right)}$$

$$I = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}^2\left(\mathbf{H},\mathbf{r_m}\right) = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2\left(\mathbf{H}\right) \cdot \mathrm{F}^2\left(h,k,l\right)$$

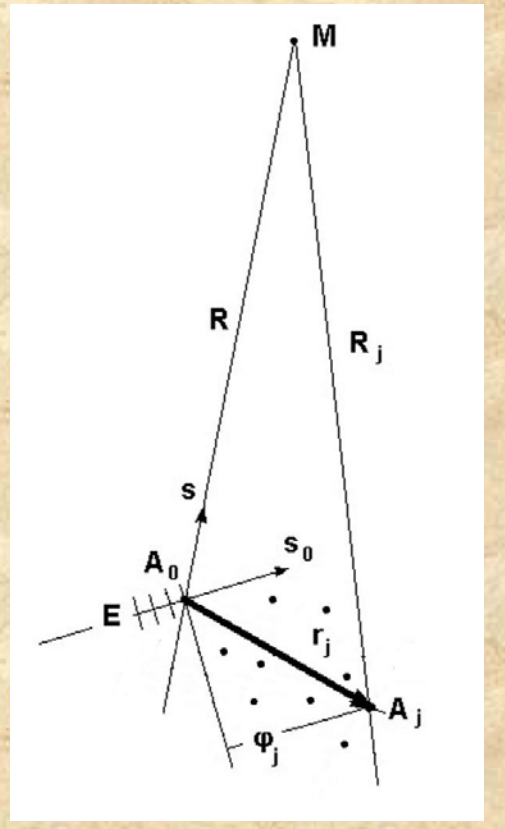
$\mathrm{F}\left(\mathbf{H},\mathbf{r}_m\right)$ - структурная амплитуда $\mathrm{F}^2\left(hkl\right)$ - структурный множитель

$$I = \left(\frac{E_0}{R} \right)^2 \cdot \mathrm{L}^2 \left(\mathbf{H} \right) \cdot \mathrm{F}^2 \left(\mathbf{H}, \mathbf{r_m} \right)$$

$$\mathrm{L}\left(\mathbf{s} - \mathbf{s_0} \right) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}), \mathbf{a} \right]}$$ - функция Лауэ

$$\mathrm{F}\left(hkl \right) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i \left(u_m h + v_m k + w_m l \right)}$$ - структурная амплитуда

РАССЕЯНИЕ НА СЛУЧАЙНОМ СКОПЛЕНИИ РАССЕИВАЮЩИХ ЦЕНТРОВ



$\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \ldots \mathbf{r}_j, \ldots \mathbf{r}_N$

$f_1, f_2, \ldots f_j, \ldots f_N$ *N* атомов, $\mathbf{s}_0, \mathbf{s}$

$$k(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0) = \mathbf{K}-\mathbf{K}_0 = \mathbf{H}$$

$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot \sum_{j=1}^{N} f_j \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j)}$ - Мгновенное значение рассеянной амплитуды

$$I(\mathbf{H}) = |\mathbf{E}| \cdot |\mathbf{E}^*|$$

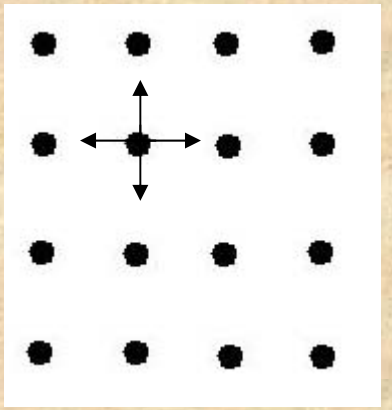
$$I(\mathbf{H}) = E_0^2 \cdot \left[\sum_{j=j'} f_j^2 + \sum_{j \neq j'} \sum f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} \right] \qquad \mathbf{r}_{jj'} = \mathbf{r}_j - \mathbf{r}_{j'}$$

$$\overline{I(\mathbf{H})} = E_0^2 \cdot \left[\sum_{j=j'} f_j^2 + \sum_{j \neq j'} \sum f_j f_{j'} \cdot \left(e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} \right) \right]$$

$W(\mathbf{r}_{jj'})$ - вероятность распределения значений вектора $\mathbf{r}_{jj'}$ т.е. функция распределения межатомных расстояний

$$\overline{e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})}} = \int_V e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} W(\mathbf{r}_{jj'})\, d\mathbf{r}_{jj'}$$

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА АМПЛИТУДУ РАССЕЯНИЯ



1. Колебания всех атомов изотропны
2. Колебания всех атомов независимы

$$\mathbf{r}_j \Rightarrow \mathbf{r}_j + \mathbf{u}_j$$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot \sum_j f_j \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j+\mathbf{u}_j)}$$

$$I = \left|\mathbf{E}\cdot\mathbf{E}^*\right| = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j-\mathbf{u}_j)} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{j'}-\mathbf{u}_{j'})} =$$

$$= \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j-\mathbf{r}_{j'})} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{u}_j-\mathbf{u}_{j'})}$$

$$(\mathbf{H}, \mathbf{u}_j - \mathbf{u}_{j'}) = p_{jj'}$$

$$\bar{I} = \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}\right)} \cdot e^{-\frac{1}{2}\overline{p^2_{jj'}}} =$$

$$= \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{-i\left(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}\right)} \cdot e^{-\frac{1}{2}\left[\frac{4\pi\sin\theta}{\lambda}\right]^2 \cdot 2\overline{u_s^2}}$$

$$M = 8\pi^2 \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2 \cdot \overline{u_s^2}$$

- Фактор Дебая-Валлера

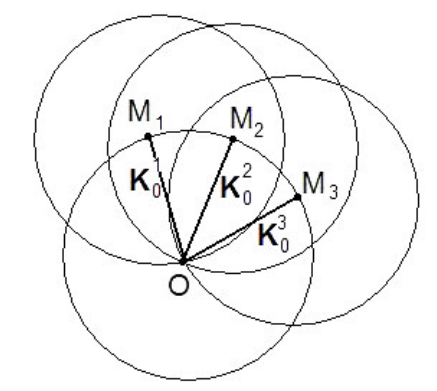
$$I = \left(\frac{E_0}{R} \right)^2 \cdot \mathrm{L}^2 \left(\mathbf{H} \right) \cdot \mathrm{F}^2 \left(h,k,l \right) \cdot e^{-2M}$$

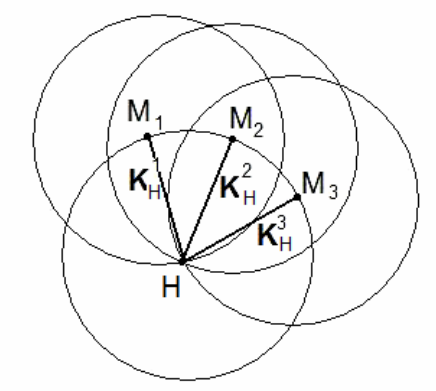
$$\mathrm{L}\left(\mathbf{s} - \mathbf{s_0} \right) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]}$$

$$\mathrm{F}\left(hkl \right) = \sum_{m=1}^{M} f_m \cdot e^{2\pi i\left(u_m h + v_m k + w_m l \right)}$$

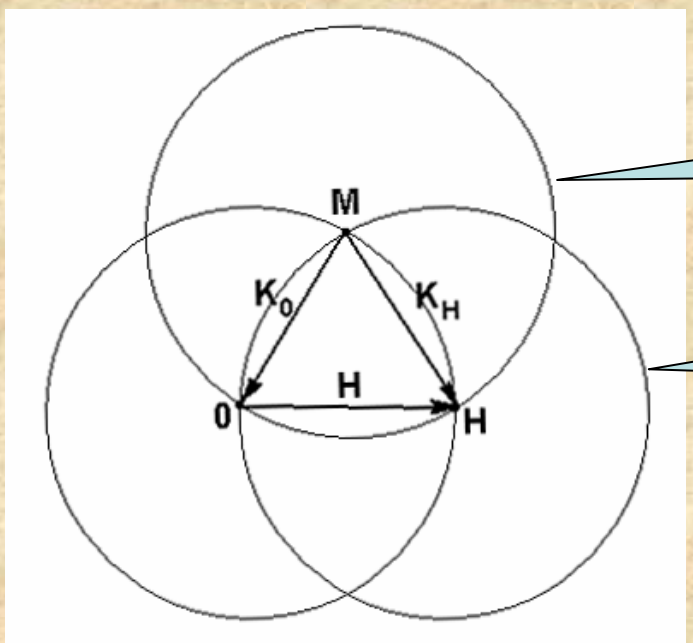
$$M = 8\pi^2 \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda} \right)^2 \cdot \overline{u_s^{\,2}}$$

ВВЕДЕНИЕ
В ДИНАМИЧЕСКОЕ ПРИБЛИЖЕНИЕ
В ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ





Если на сферу Эвальда попадает только одна точка O или H (дифракции нет), вектора K_0 и K_H могут занимать в пространстве любые ориентации. Они не связаны между собой.

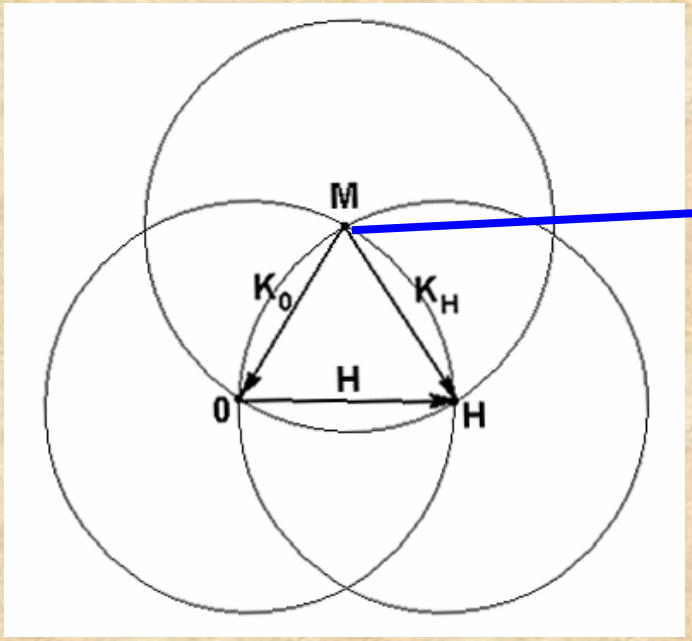


Сфера Эвальда

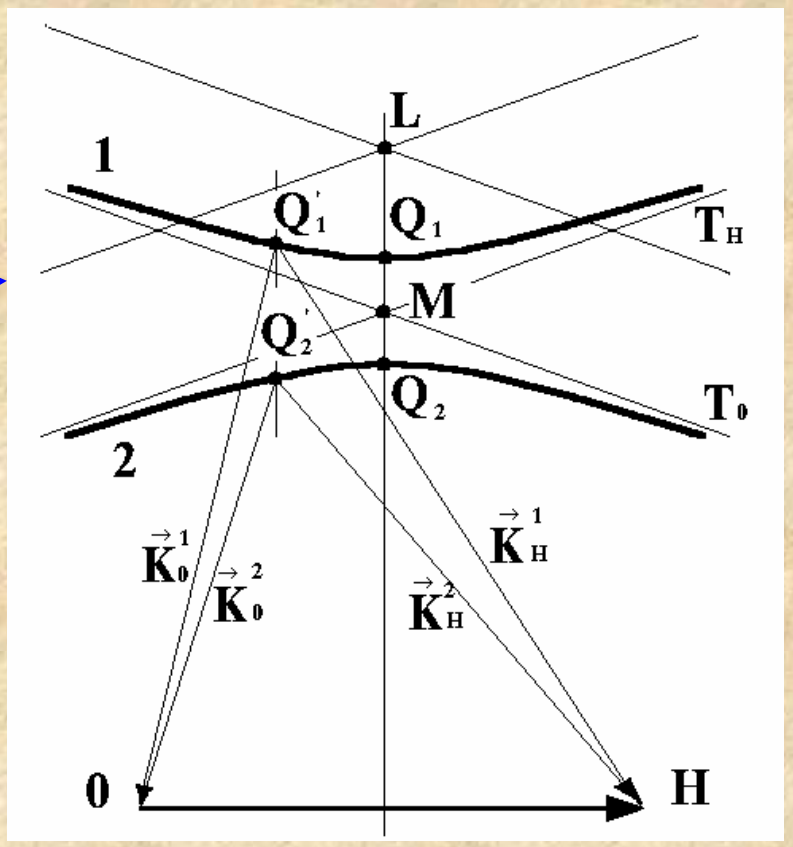
Сфера распространения

$$\mathbf{H} = \mathbf{K}_H - \mathbf{K}_0$$

Геометрическая интерпретация двухволнового приближения в теории дифракции



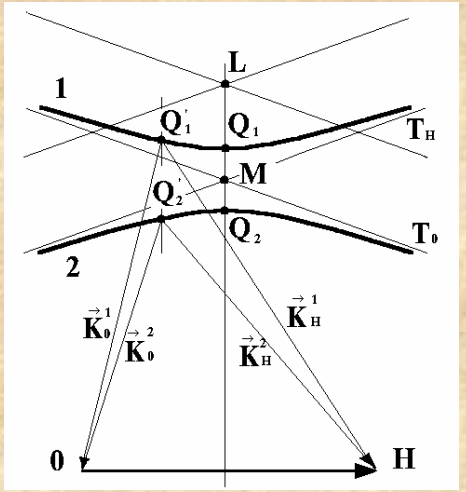
увеличение
$\times 10^6$



$$\left[\frac{\left(K_0^2-k^2\right)}{K_0^2}-\chi_0\right]\cdot\left[\frac{\left(K_1^2-k^2\right)}{K_1^2}-\chi_0\right]=C^2\cdot\chi_{-1}\cdot\chi_1$$

ВАЖНЕЙШИЕ СЛЕДСТВИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

1) Эффект маятниковых осцилляций

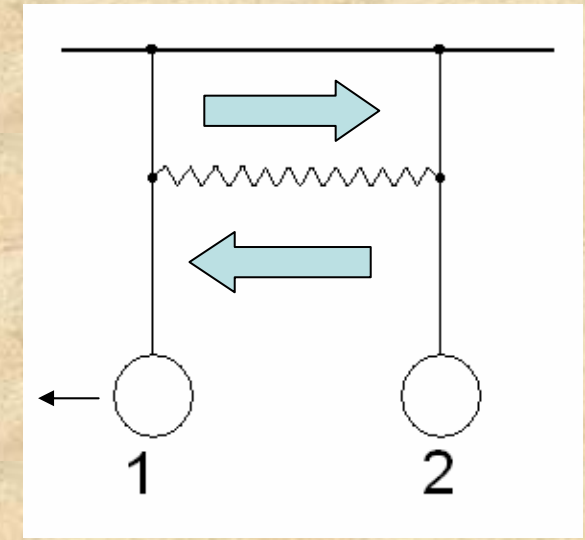


$$\Delta k_{min} = \left|{}^{1}\mathbf{K} - {}^{2}\mathbf{K}\right| \approx kC\sqrt{\chi_{-1}\chi_{1}} \cdot \sec\theta$$

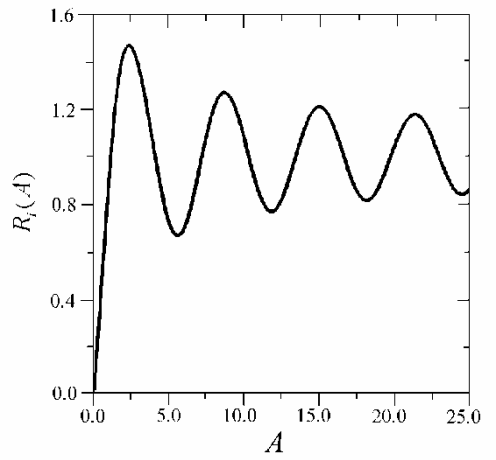
$k \approx 10^{8}\ см^{-1}$ $\quad |\chi| \approx 10^{-5}$ $\quad \Delta k_{min} \approx 10^{3}\ см^{-1}$

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta\mathbf{K}|} \qquad \Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta\mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c\sqrt{\chi_{H}\chi_{-H}}}$$

Этот параметр получил название экстинкционной длины

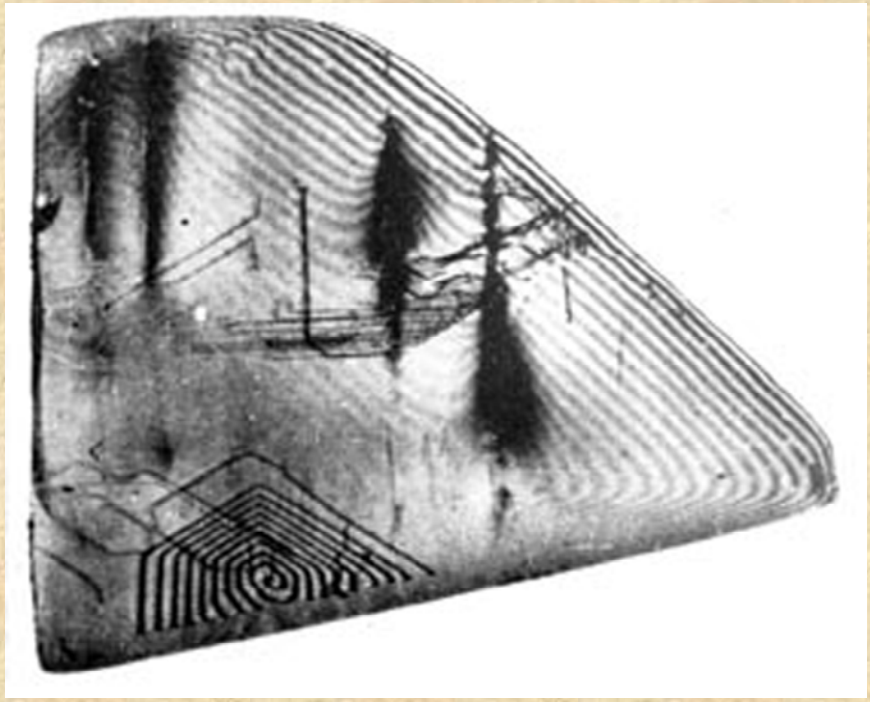


Энергия колебаний будет перетекать
от маятника 1 к маятнику 2 и обратно.
Это явление носит название маятникого эффекта.

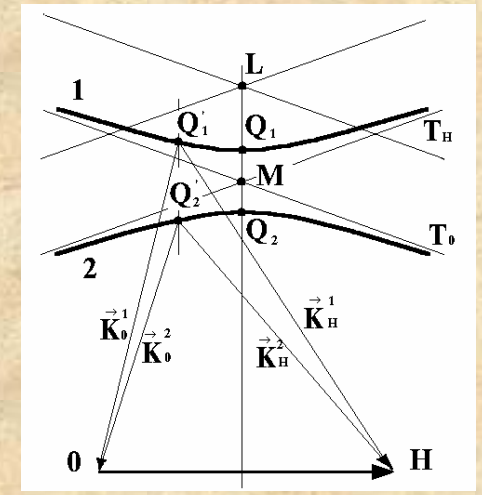


Осциллирующий характер зависимости $R_i(A)$ интегрального коэффициента отражения от толщины кристалла.

$$A = \frac{\pi t}{\Lambda}$$



$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c \cdot \sqrt{\chi_H \cdot \chi_{\bar{H}}}}$$



2) Эффект аномального прохождения рентгеновских лучей эффект Бормана

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_0}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi_H''}{\chi_0''}\right)$$

$$\mu_0 = |\mathbf{K}| \cdot \chi_0'' = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_0''$$

χ_0'', χ_H''

$$\chi_H = \chi_H' + i\chi_H''$$

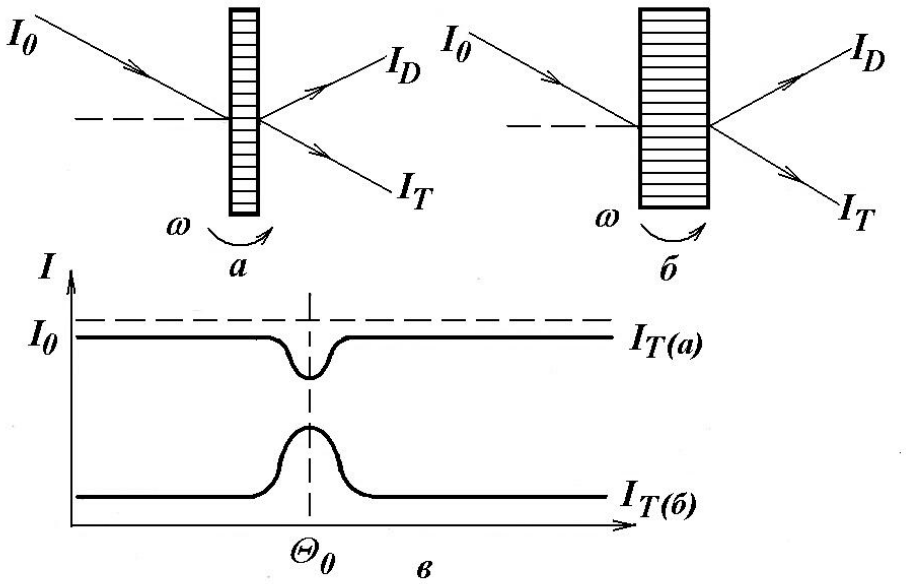
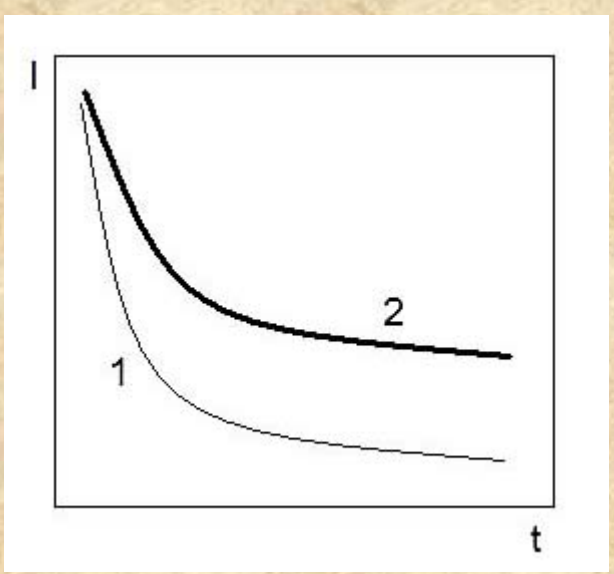


Иллюстрация метода аномального прохождения

Batterman B., Cole H., Rev. Modern. Phys. 1964, v.30, p.681



$1) - I = I_0 e^{-\mu t}$

$2) - эффект \cdot Бормана$

ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ В КРИСТАЛЛАХ С ИСКАЖЕНИЯМИ. УРАВНЕНИЯ ТАКАГИ - ТОПЕНА

Характеристики среды в волновом уравнении можно учесть через функцию поляризуемости c(**r**). Будем описывать искажения кристалла в виде некоторого поля смещения **U(r)**, связанного с каким-либо дефектом, причем будем полагать, что искажения достаточно медленно меняются в пространстве, т.е. на расстояниях порядка экстинкционной длины, тогда вместо координаты **r** необходимо записать **r-U(r)**, т.е.

$$\chi(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}(\mathbf{r}-\mathbf{U}(\mathbf{r})))} = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{r})} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{U}(\mathbf{r}))}$$

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \mathbf{D}_{hkl} \cdot e^{i((\mathbf{K}_{hkl}\mathbf{r})-(\mathbf{H}_{hkl}\mathbf{r}))}$$

Если искажения достаточно слабо меняются на расстоянии экстинкционной длины т.е. $\left|\partial u(r)/\partial r\right| << 1$ то после достаточно громоздких преобразований уравнение для случая двухволнового рассеяния, когда на сферу Эвальда попадает только два узла обратной решетки, примет вид

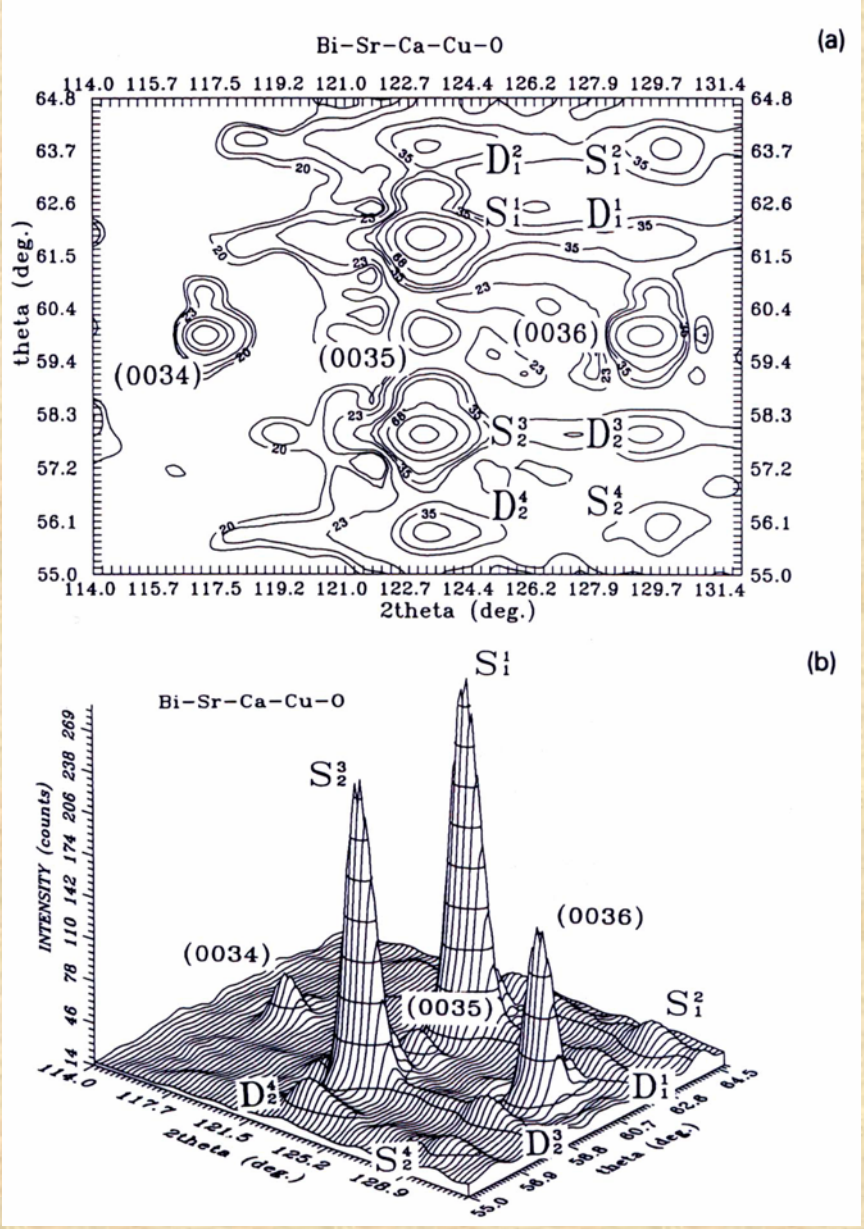
$$\begin{cases} -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot \mathbf{D}_0 = \chi_{-1} C \mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z} - \dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 C \mathbf{D}_0 - \alpha(r)\cdot \mathbf{D}_1 \end{cases}$$

$$\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\frac{\partial}{\partial z} - \frac{\partial}{\partial x}\right)\cdot (\mathbf{H}_{hkl}, \mathbf{U}(\mathbf{r}))$$

функция, описывающая локальные разориентации решетки, связанные с упругим полем ***U(r)*** дефекта

Эти уравнения получили название уравнений Токаги-Топена (1969)

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

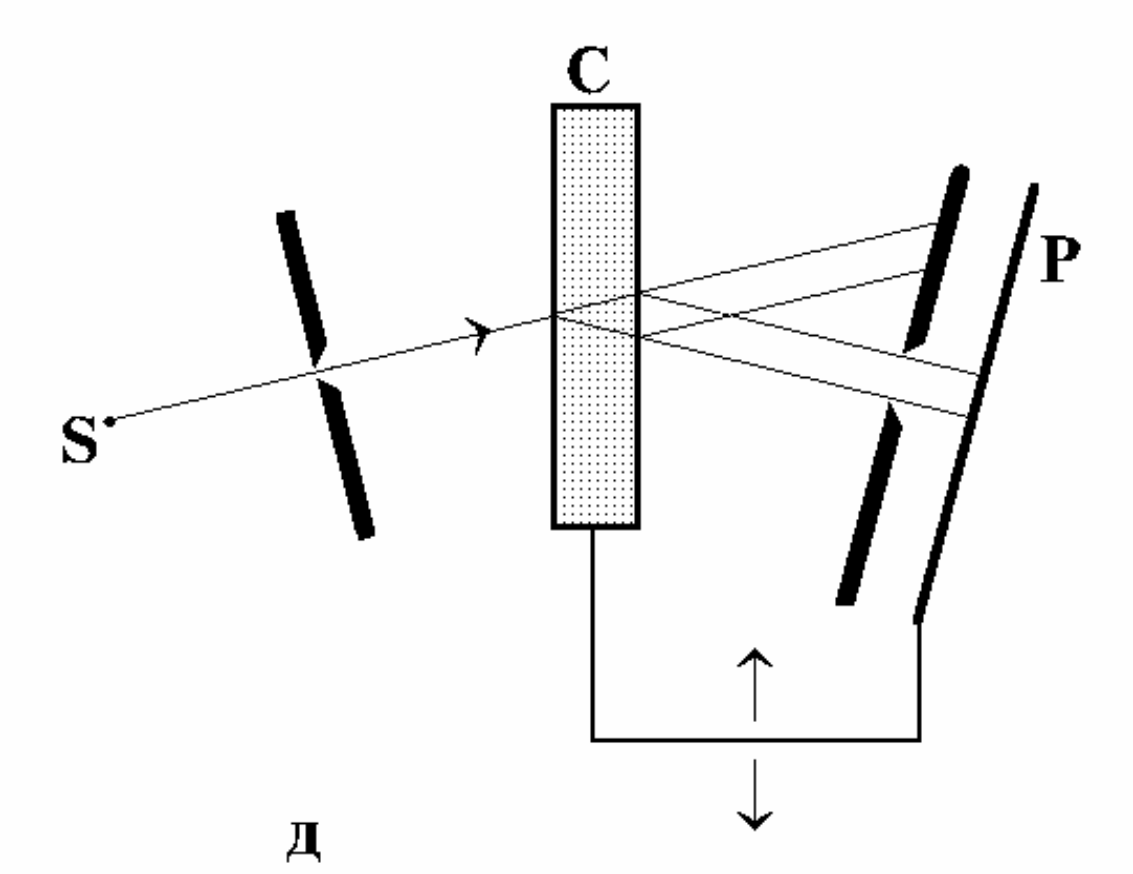


Анализ обратного пространства (структуры дифракционной картины) позволяет восстановить картину прямого пространства и следовательно определить количество и пространственное распределений дефектов кристаллической структуры.

Эта методика применяется для исследования кристаллов с плотностью дефектов ~10^{6} -10^{18} $см^{-2}$

РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ (ТОПОГРАФИЯ)

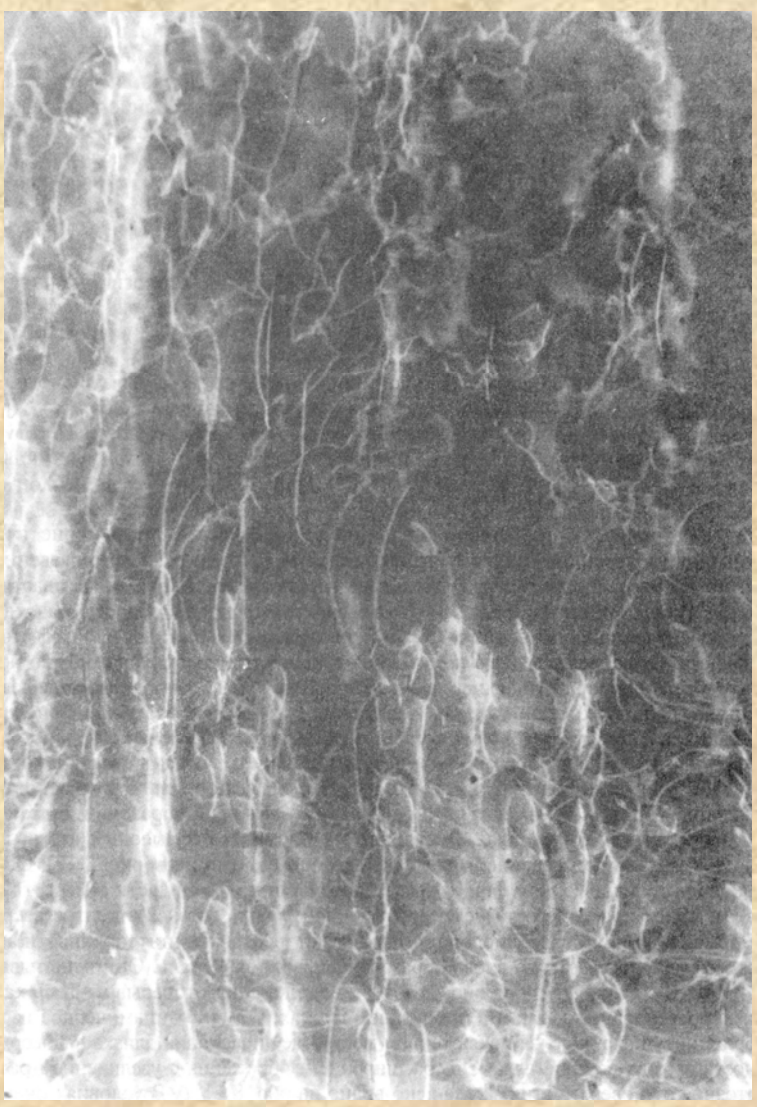
Схема съемки по методу Ланга



A.R.Lang,
The Projection Topograph. A New Method in X-ray Diffraction Micrography,
Acta Cryst.12, 249-250, (1959)

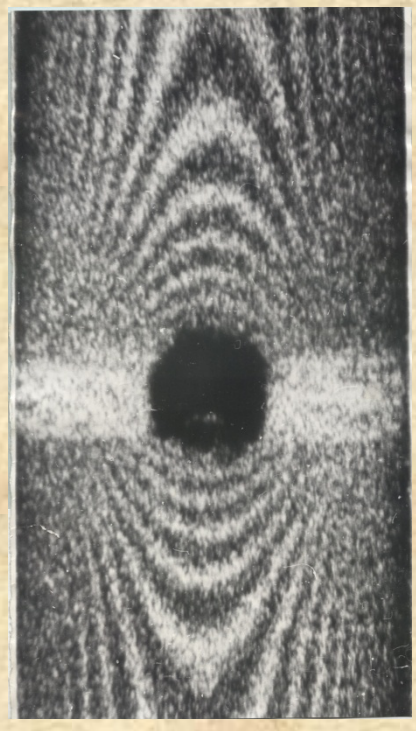
Примеры топограмм для толстого и тонкого кристалла

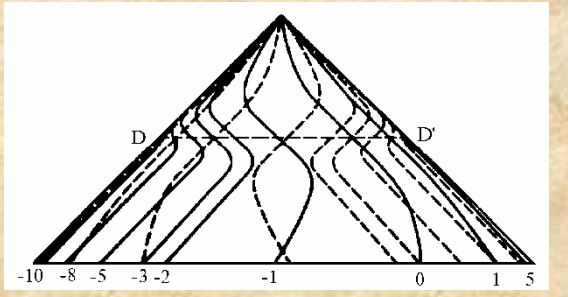
$\mu t < 1$

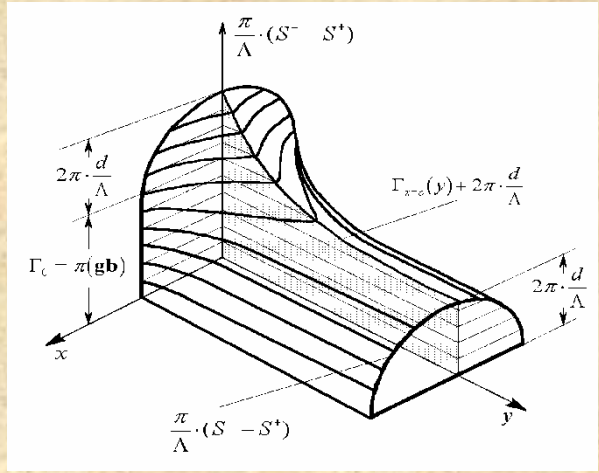


$\mu t \gg 1$

Вклад убывающего (~1/r) упругого поля дислокации в образование изображения дислокаций в методах секционной топографии







В.Л.Инденбом, В.И.Никитенко, Э.В.Суворов, В.М.Каганер
Phys.Stat.Sol. (a)46, 1, 1978, p.379-386,

Пространственное разрешение на рентгеновской определяется суммой трех компанент – дифракционным уширением, уширением за счет размеров фокального пятна и наконец за счет спектрального уширения, т.е. .

$$\delta x_{\Sigma} = \delta x_D + \delta x_{\Delta\lambda} + \delta f$$

Дифракционное уширение дается соотношением

$$\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta \qquad \text{здесь} \quad \Lambda = \frac{\lambda \cos\theta}{c\chi_H}$$

Геометрическое уширение или уширение за счет размеров фокального пятна определяется по формуле

$$\delta f = \frac{l}{L} \cdot \Delta x$$

Соответственно спектральное уширение равно

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D \qquad \text{где} \quad \delta\theta_D = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda}$$

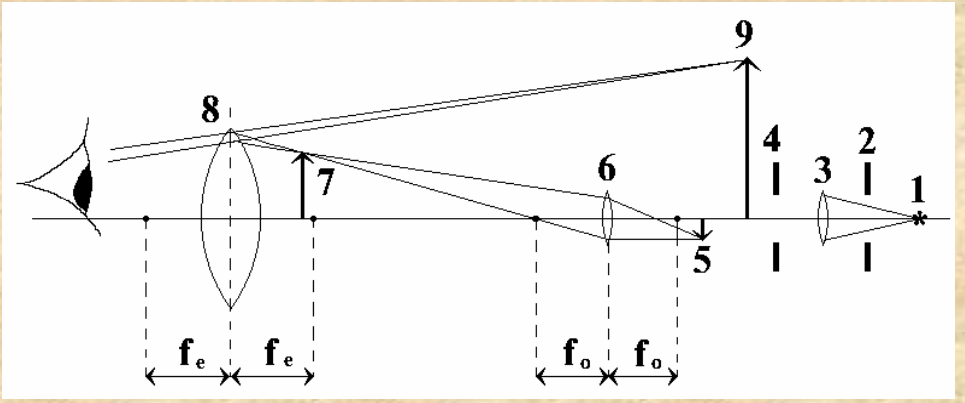
Разрешение методов рентгеновской топографии составляет

- $5-10$мкм

Физические основы электронной микроскопии высокого разрешения (HREM)

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ



Оптическая схема трехлинзового оптического микроскопа. 1-источник света, 2-апертурная диафрагма конденсора, 3-конденсорная линза, 4-полевая диафрагма, 5-объект, 6-объективная линза, 7-первое увеличенное действительное изображение, 8-окулярная линза, 9-второе увеличенное мнимое изображение

$$K = \frac{H}{h} = \frac{D \cdot \Delta}{f_1 \cdot f_2}$$

Здесь *f1, f2* - фокусные расстояния объективной и окулярной линз, - расстояние между фокусами этих линз, *D* - расстояние наилучшего зрения. Например, если для типичного случая *f1=2mm, f2=15mm, =1,0mm, D=250mm*, коэффициент увеличения такого микроскопа *K=1335*.

$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}$$

$$A = n \cdot \sin\beta$$

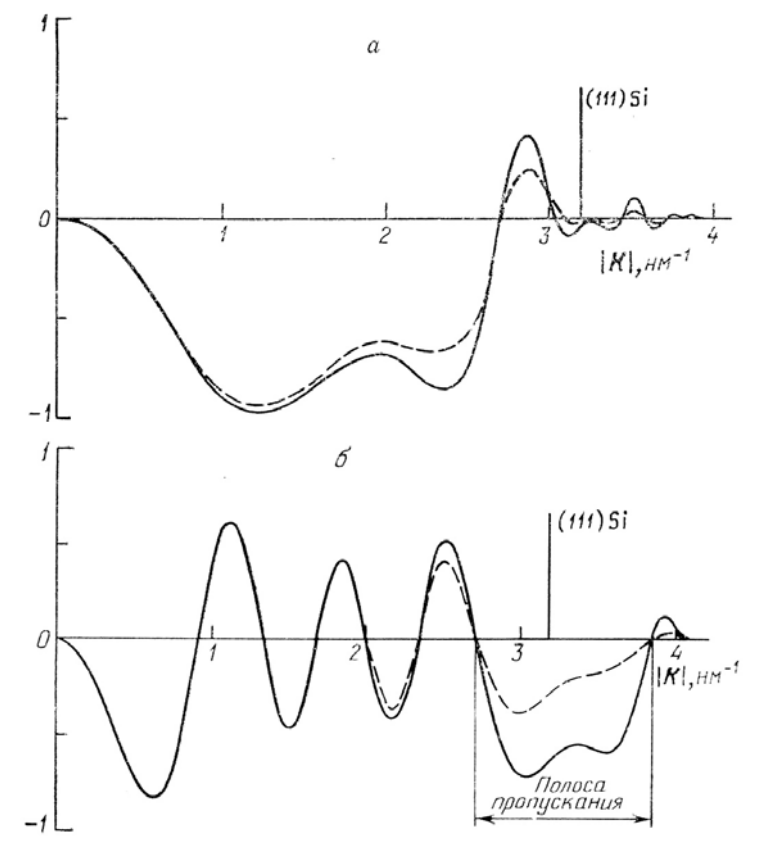
Длины волн электромагнитного излучения

γ-лучи	**10^{-11} – 10^{-9} см**
X-ray	**10^{-10} – 10^{-9} см**
УФ	**10^{-7} – 0.4 10^{-4} см**
Видимый свет	**0.4 10^{-4} – 0.7 10^{-4} см**
ИК	**0.7 10^{-4} – 0.01 см**
Радио волны	**0.01 см – 3-4 км**

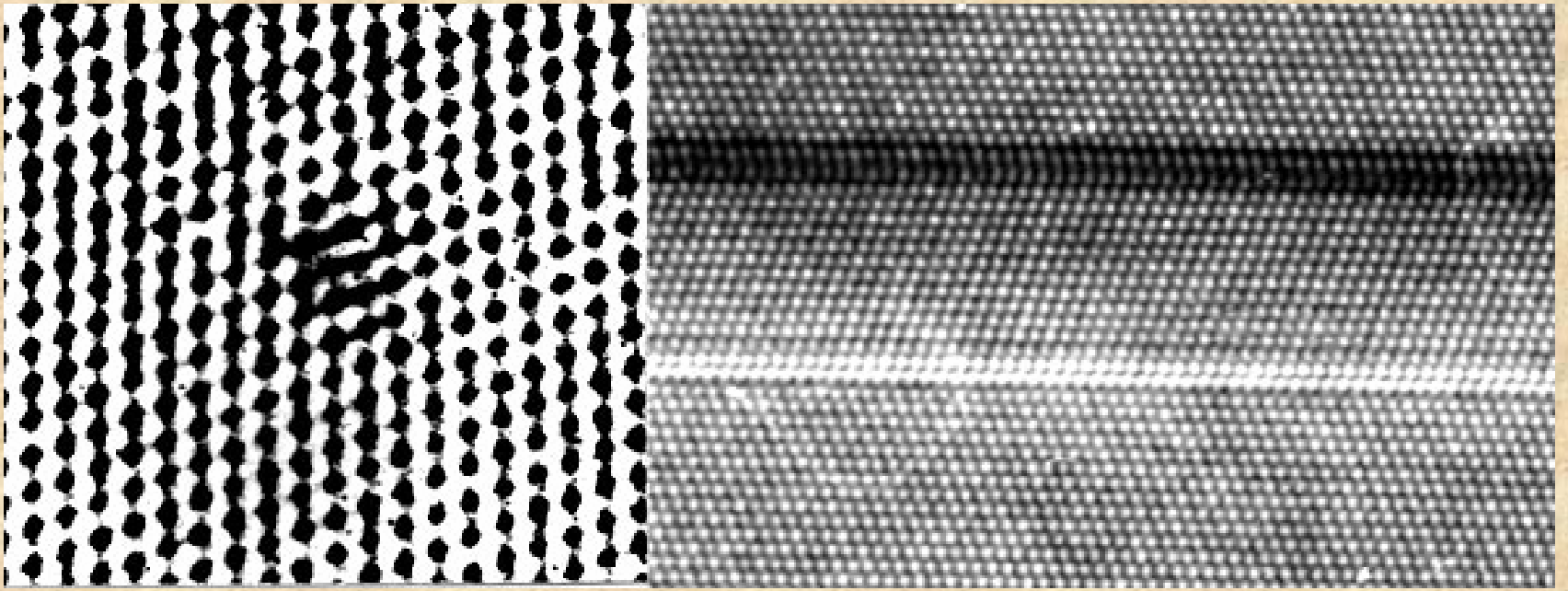
Длины вон электронов различных энергий

E(kV)	λ_e (Å) классическая	λ_e (Å) релятивистская
1	0,3876	0,3876
10	0,1226	0,1220
100	0,0387	0,0370
400	0,0193	0,0164

1Å=10^{-10} m=10^{-8} cm=10^{-7}mm
1μ=10^{-6} m
1nm=10^{-9} m



Передаточная функция современного 100-кВ электронного микроскопа, характеризуемого C_s=2,2 мм и расходимостью пучка электронов $\theta C=0{,}9 \times 10^{-3}$ рад. На рисунках а и б представлены соответственно случаи n=0, шерцеровскийфокус, Δf=-110,4 нм) и n=3 (Δf=-331,5 нм). В случае (а) «полоса пропускания» простирается от *u=0* до величины предела разрешения прибора по точкам. В случае (б), как это показано на рисунке, положение полосы пропускания сдвинуто вправо. Сплошные кривые построены для случая максимального смещения на пушке (D=5,4 нм), а штриховые - для минимального смещения (ток пучка макси-мален, D=12,0 нм). Уменьшение напряжения смещения на пушке приводит к затуханию более высоких пространственных частот. Заметим, что число n равно количеству минимумов передаточной функции, предшествующих полосе пропуска-ния. На графике указано положение брэгговского рефлекса (111). Видно, что рефлекс находится за пределом разрешения микроскопа по точкам.



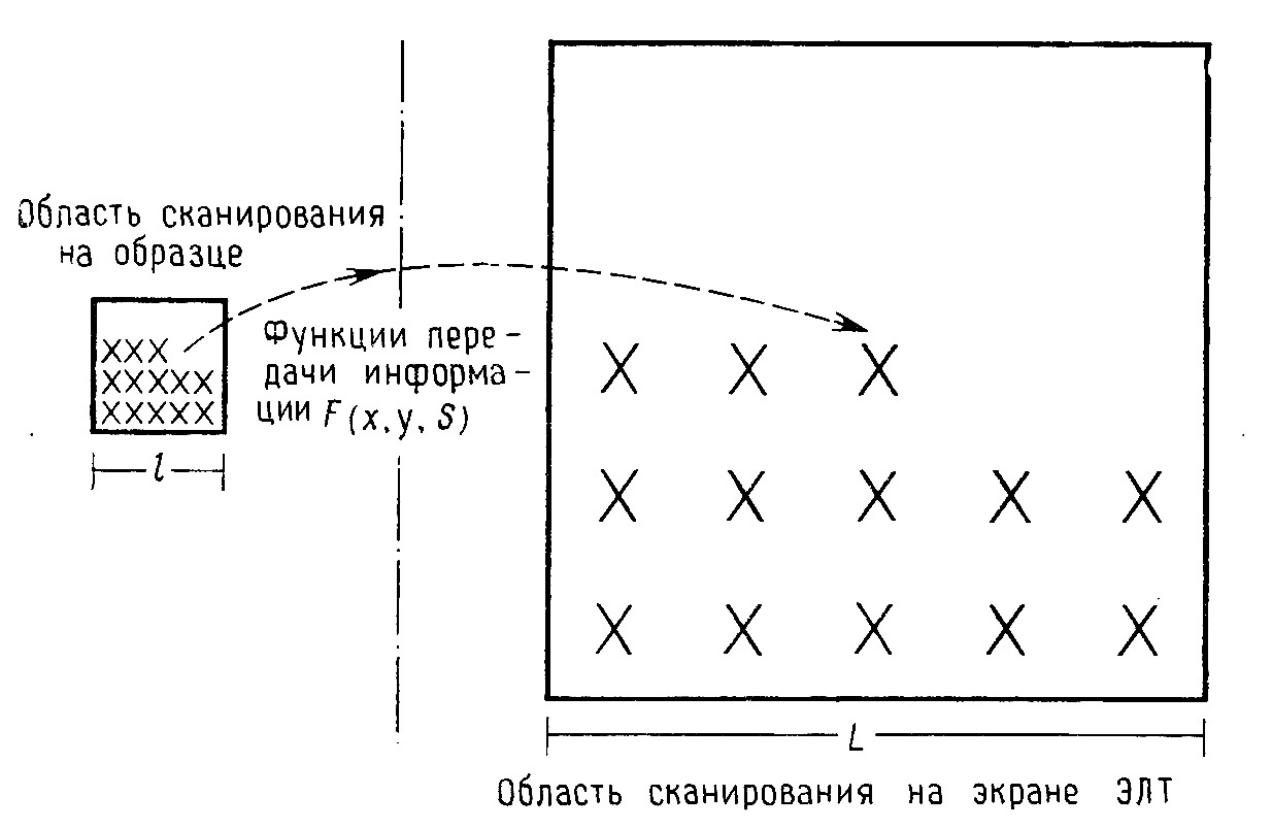
а б

а)-Изображение ядра краевой дислокации в монокристалле германия; б)-Двойниковые прослойки в монокристаллах кремния образующиеся при деформации

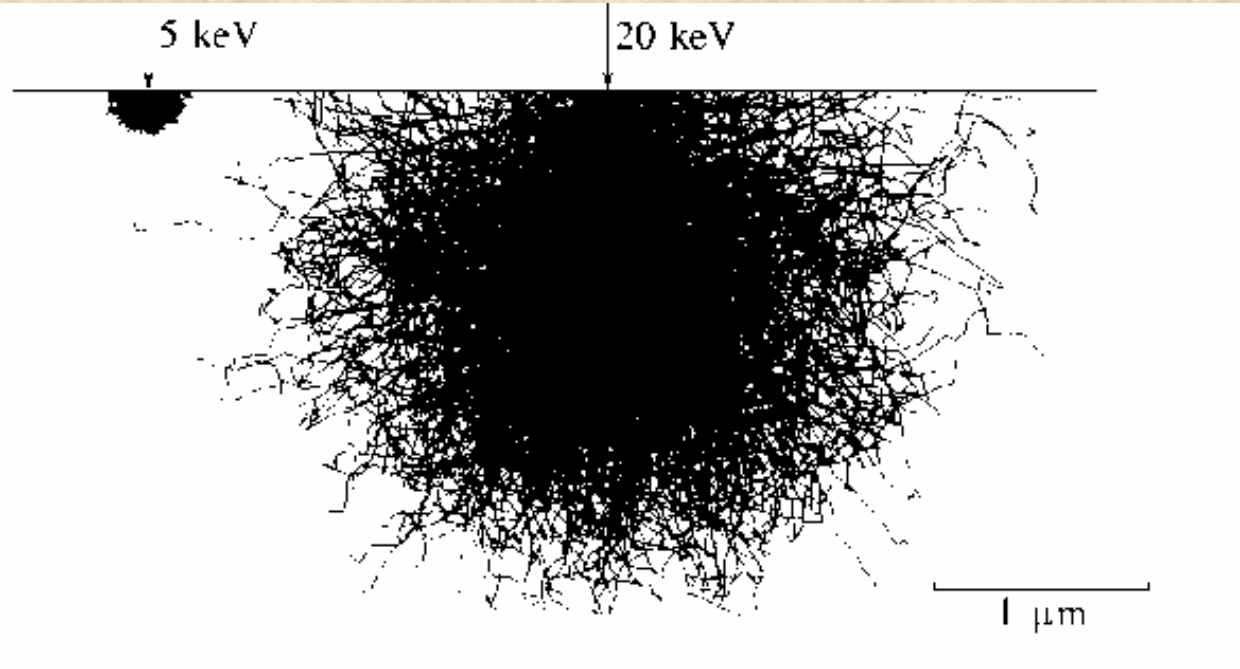
Предельное разрешение методов HREM составляет

~1,3-1,4 Å

Физические основы растровой электронной микроскопии (SEM)



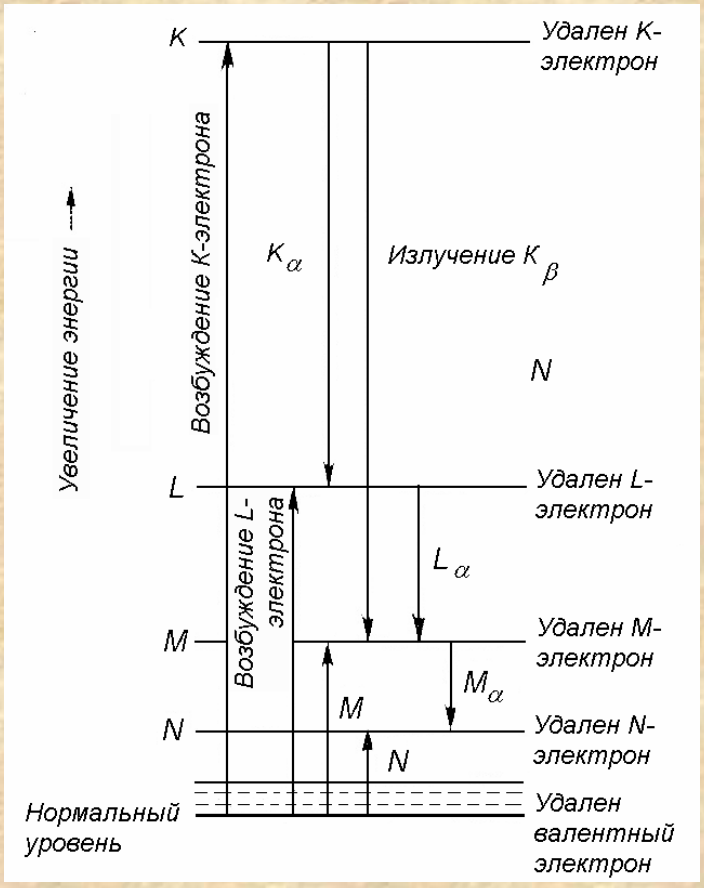
Принцип отображения информации при сканировании по площади или по изображению.
Устанавливается соответствие между набором положений на образце и на экране монитора. **Увеличение равно L/l**



Характер траекторий электронов, полученных в результате расчета по методу Монте-Карло, и формирование области взаимодействия

Предельное разрешение методов SEM определяется размерами сечения зонда только для случая TSEM и для лучших приборов составляет ~20-30 Å

РЕНТГЕНГОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

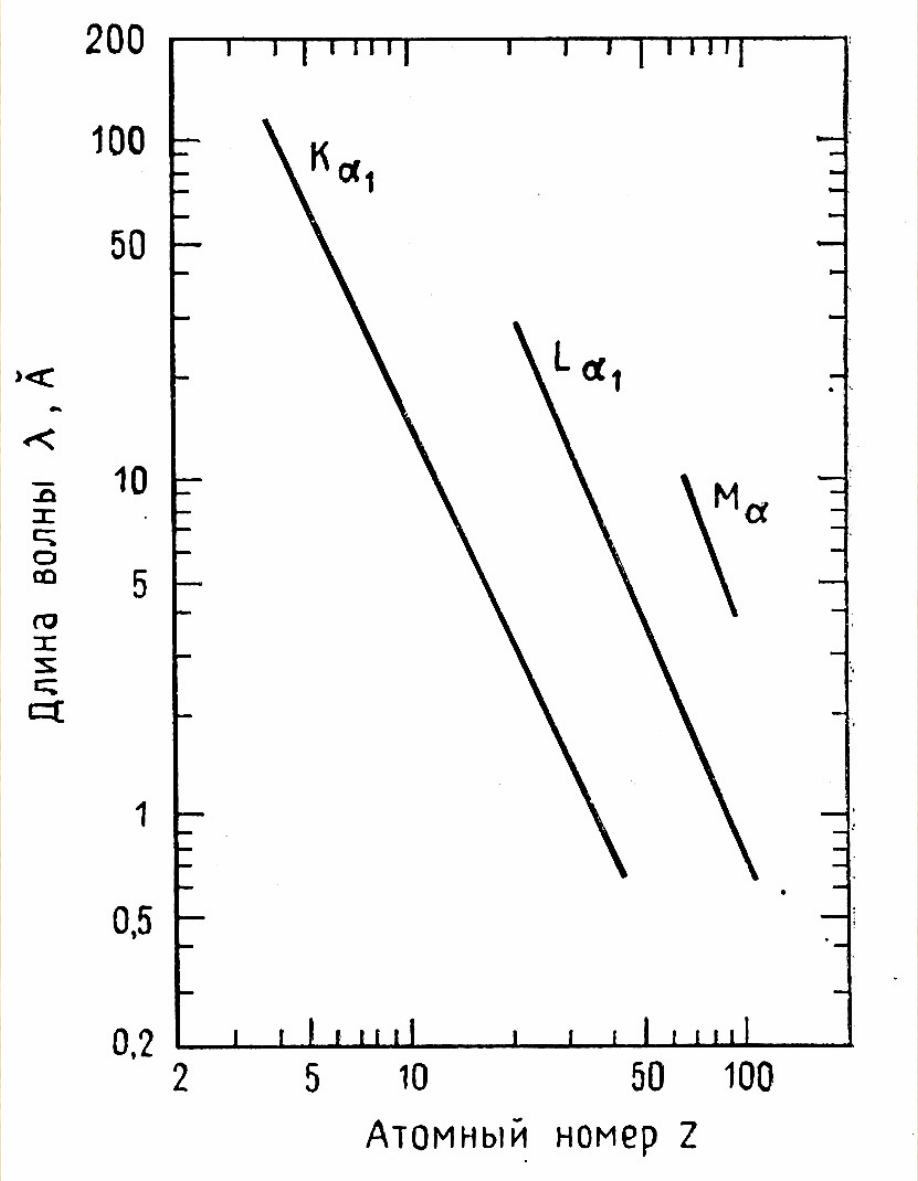


$$I_c \sim i_z \left(E_z - E_i \right)^{1.4}$$

Диаграмма энергетических уровней атома, иллюстрирующая возбуждение К; L, M- и N-оболочек и образование линий $К_\alpha$, $К_\beta$,L_α, M_α рентгеновского излучения (показано стрелками).

$$\lambda = \frac{B}{\left(Z - C \right)^2}$$

Закон Мозли



$$\lambda = \frac{B}{(Z - C)^2}$$

Закон Мозли для характеристических линий $K\alpha_1$, $L\alpha_1$, $M\alpha_1$

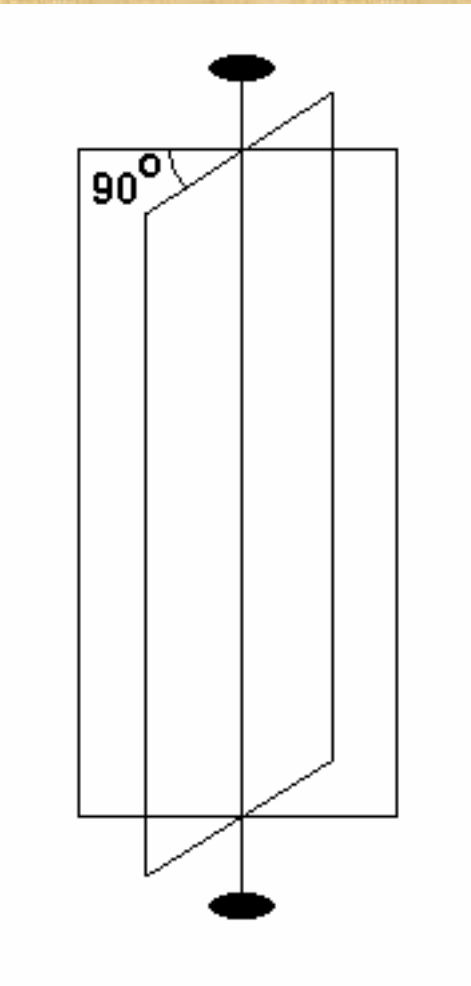
Рентгеновский микроанализ позволяет определять атомный состав материалов практически во всем интервале концентраций с точностью около *2%*. Чувствительность анализа неоднородна по всему спектру элементов таблицы Менделеева и сильно зависит от атомного номера. Так для легких элементов, например, для *Be* (*Z=4*), предельное обнаруживаемое количество элемента составляет более *10%*. С ростом атомного номера точность анализа растет и при благоприятных условиях может достигать *0.1-0.01%* для *Re* (*Z=75*)

ПРИМЕРЫ
РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ПО КУРСУ
ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

Проф., дфмн Суворов Э.В.

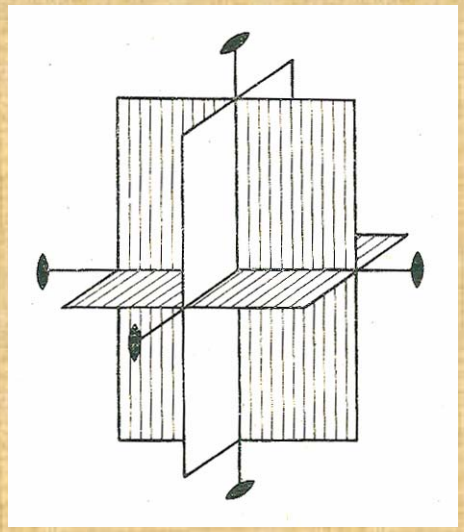
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

№1. В кристалле имеются три взаимно перпендикулярные (неэквивалентные) плоскости симметрии. Определить полный набор элементов симметрии, кристаллическую систему, класс симметрии.



Пересечение двух взаимно перпендикулярных плоскостей всегда порождает ось второго порядка.

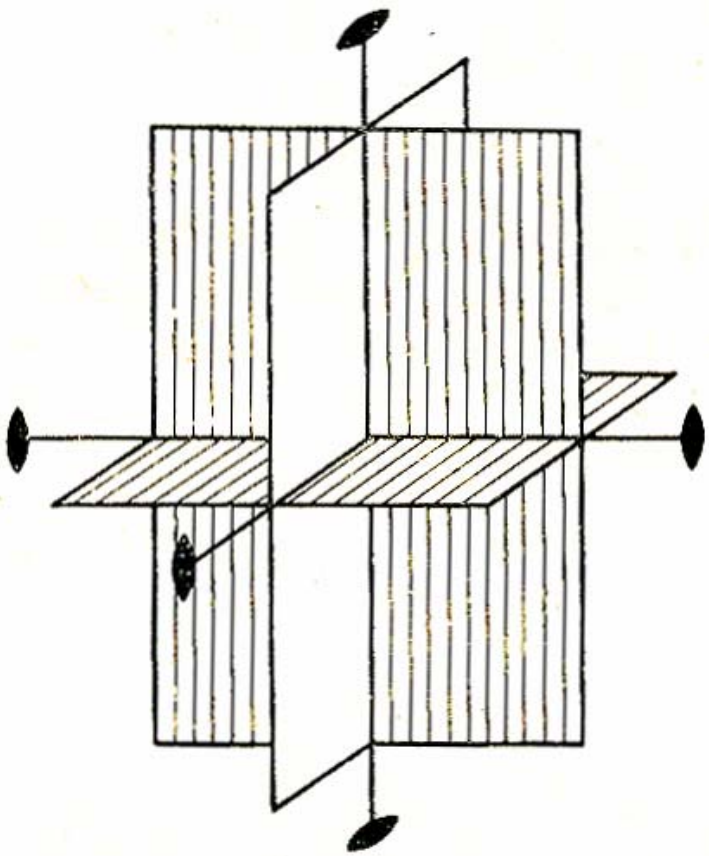
m/m ⟶ 2

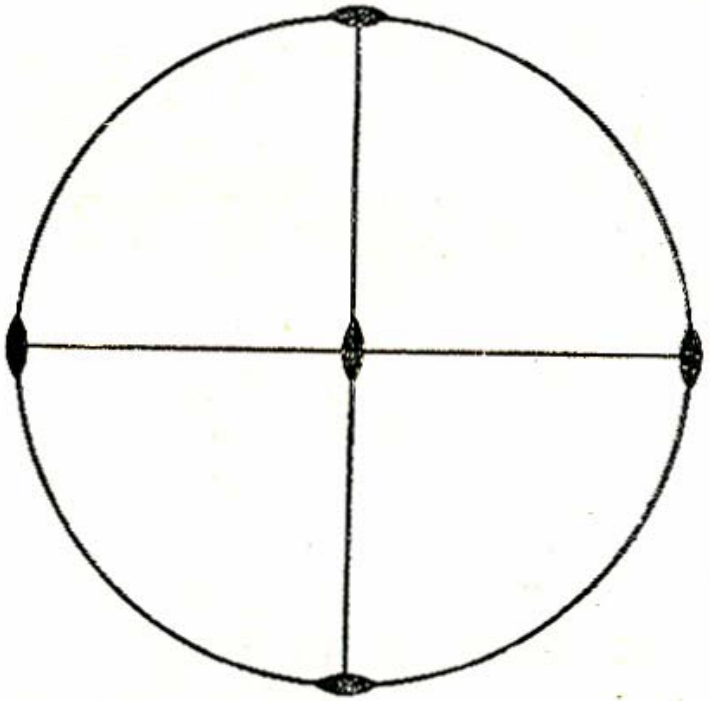


Точка пересечения оси четного порядка и плоскости симметрии всегда рожает центр инверсии.

$2/m \longrightarrow \bar{1}$

$m,m,m \longrightarrow 2,2,2,\bar{1}$



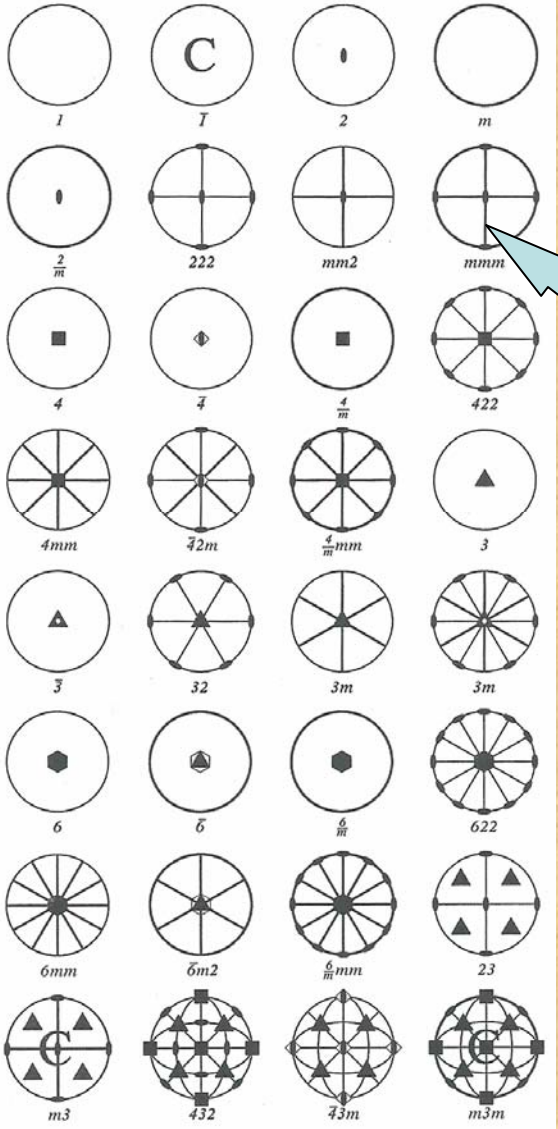


Набор элементов симметрии m,m,m,2,2,2,
Ромбическая система,
Класс симметриии $3L_2 3PC$; $mmm=D_{2h}$

32-точечные группы симметрии

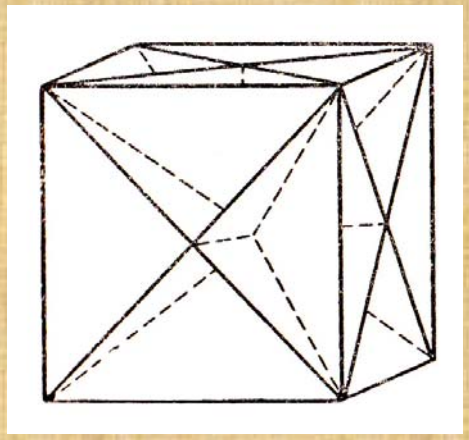
№	Сингония	Обозначения			Порядок группы
		По Шенфлису	По Герману-Могену	По Бравэ	
1	Триклинная	C_1	1	L_1	1
2		C_i	$\bar{1}$	C	2
3	Моноклинная	C_2	2	L_2	2
4		C_s	m	P	2
5		C_{2h}	$2/m$	L_2PC	4
6	Ромбическая	D_2	222	$3L_2$	4
7		C_{2v}	$mm2$	L_22P	4
8		D_{2h}	mmm	$3L_23PC$	8
9	Тетрагональная	C_4	4	L_4	4
10		C_{4h}	$4/m$	L_4PC	8
11		D_4	422	L_2	8
12		C_{4v}	$4mm$	L_4	8
13		D_{4h}	$4/mmm$	L_44L_25PC	16
14		S_4	$\bar{4}$	L_{4i}	4
15		D_{2d}	$\bar{4}2m$	$L_{4i}2L_22P$	8
16	Тригональная	C_3	3	L_3	3
17		C_{3i}	$\bar{3}$	$L_{3i}C$	6
18		D_3	32	L_33L_2	6
19		C_{3v}	$3m$	L_33P	6
20		D_{3d}	$\bar{3}m$	$L_{3i}3L_23PC$	12
21	Гексагональная	C_6	6	L_6	6
22		C_{6h}	$6/m$	L_6	12
23		D_6	622	L_66L_2	12
24		C_{6v}	$6mm$	L_66P	12
25		D_{6h}	$6/mmm$	L_66L_27PC	24
26		C_{3h}	$\bar{6}$	L_3P	6
27		D_{3h}	$\bar{6}m2$	L_33L_24P	12
28	Кубическая	T	23	$3L_24L_3$	12
29		T_h	$m3$	$3L_24L_33PC$	24
30		O	432	$3L_44L_36L_2$	24
31		T_d	$\bar{4}3m$	$3L_{4i}4L_36P$	24
32		O_h	$m3m$	$3L_44L_36L_29PC$	48

Стереографические проекции 32-точечных групп симметрии

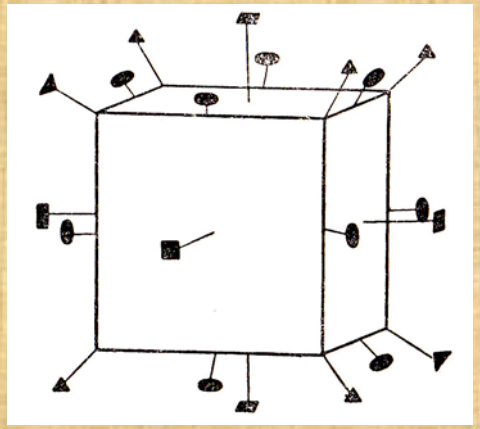


№2. Определить все элементы симметрии куба и изобразить их на стереографической проекции.

Элементы симметрии кубического кристалла



Плоскости симметрии куба

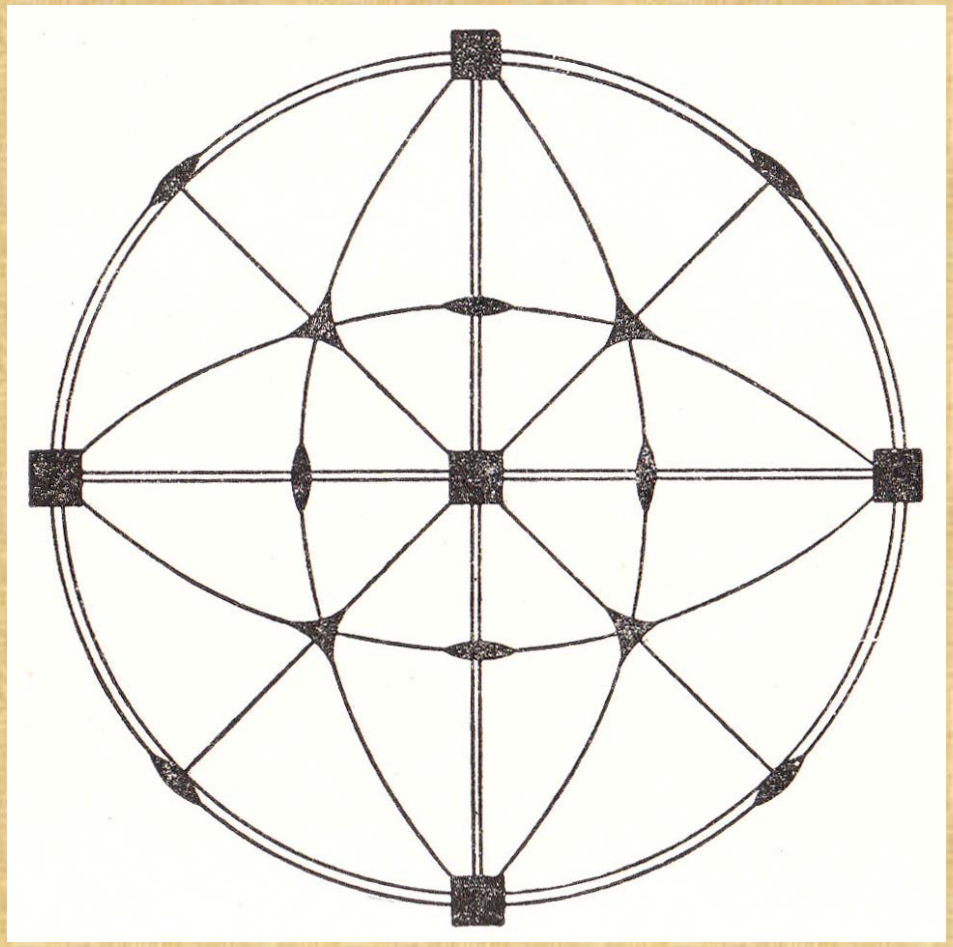


Оси симметрии куба

32-точечные группы симметрии

№	Сингония	Обозначения			Порядок группы
		По Шенфлису	По Герману-Могену	По Бравэ	
1	Триклинная	C_1	1	L_1	1
2		C_i	$\overline{1}$	C	2
3	Моноклинная	C_2	2	L_2	2
4		C_s	m	P	2
5		C_{2h}	$2/m$	L_2PC	4
6	Ромбическая	D_2	222	$3L_2$	4
7		C_{2v}	$mm2$	L_22P	4
8		D_{2h}	mmm	$3L_23PC$	8
9	Тетрагональная	C_4	4	L_4	4
10		C_{4h}	$4/m$	L_4PC	8
11		D_4	422	L_44L_2	8
12		C_{4v}	$4mm$	L_44P	8
13		D_{4h}	$4/mmm$	L_44L_25PC	16
14		S_4	$\overline{4}$	L_{4i}	4
15		D_{2d}	$\overline{4}2m$	$L_{4i}2L_22P$	8
16	Тригональная	C_3	3	L_3	3
17		C_{3i}	$\overline{3}$	$L_{3i}C$	6
18		D_3	32	L_33L_2	6
19		C_{3v}	$3m$	L_33P	6
20		D_{3d}	$\overline{3}m$	$L_{3i}3L_23PC$	12
21	Гексагональная	C_6	6	L_6	6
22		C_{6h}	$6/m$	L_6	12
23		D_6	622	L_66L_2	12
24		C_{6v}	$6mm$	L_66P	12
25		D_{6h}	$6/mmm$	L_66L_27PC	24
26		C_{3h}	$\overline{6}$	L_3P	6
27		D_{3h}	$\overline{6}m2$	L_33L_24P	12
28	Кубическая	T	23	$3L_4$	12
29		T_h	$m3$	[illegible]$3PC$	24
30		O	432	$3L_44L_36L_2$	24
31		T_d	$\overline{4}3m$	$3L_{4i}4L_36P$	24
32		O_h	$m3m$	$3L_44L_36L_29PC$	48

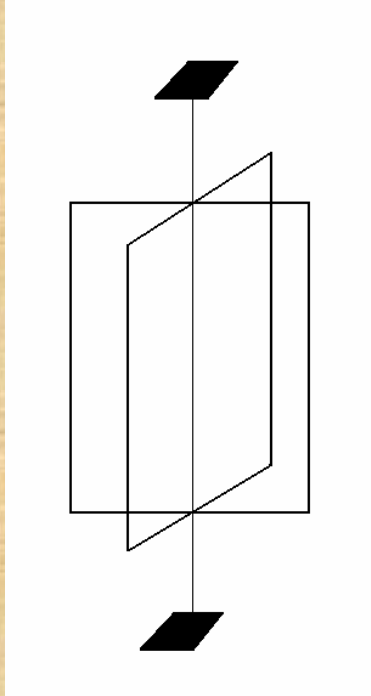
Изображения элементов симметрии куба на стереографической проекции

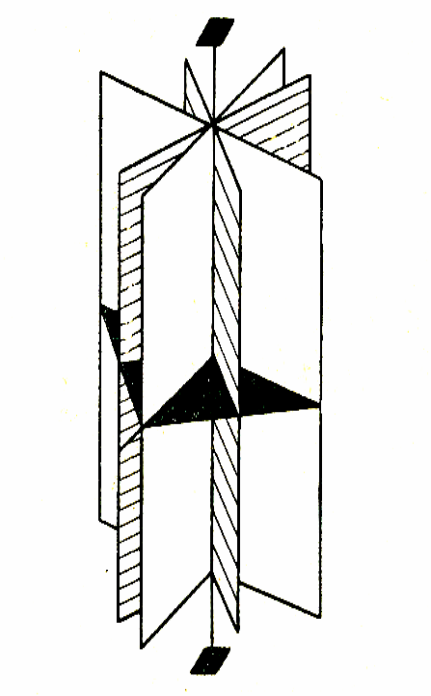


Три оси 4-ого порядка,
Четыре оси 3-его порядка,
Шесть осей 2-ого порядка

$O = 432 = 3L_4 4L_3 6L_2$

№3. В кристалле имеется одна ось четвертого порядка и плоскости симметрии перпендикулярные и параллельные этой сои. Определить весь набор элементов симметрии систему и класс симметрии. Показать эти элементы симметрии на стереографической проекции.



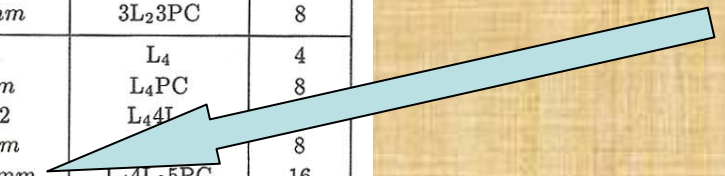


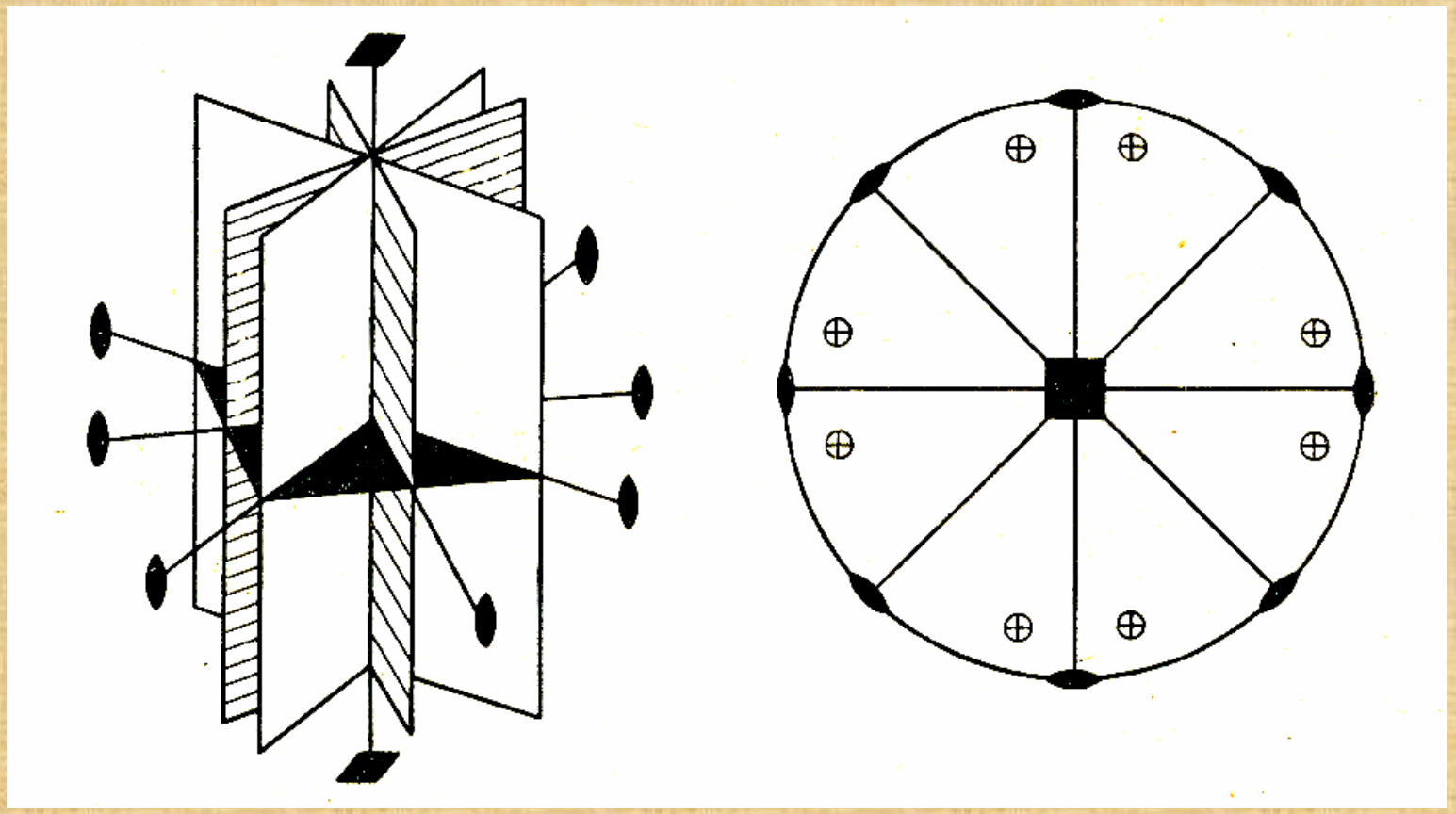
4+m ⟶ m,m,m,m

4/m ⟶ 2,2,2,2

32-точечные группы симметрии

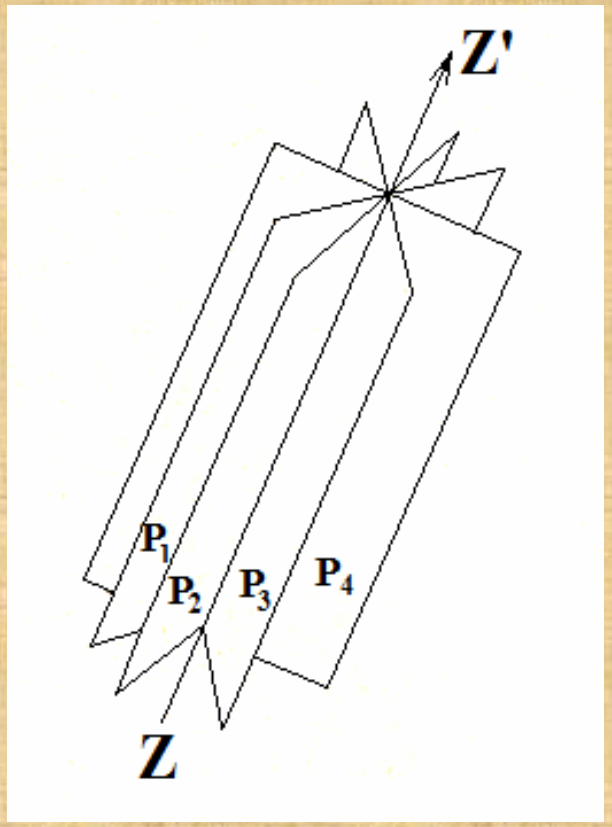
№	Сингония	Обозначения			Порядок группы
		По Шенфлису	По Герману-Могену	По Бравэ	
1	Триклинная	C_1	1	L_1	1
2		C_i	$\bar{1}$	C	2
3	Моноклинная	C_2	2	L_2	2
4		C_s	m	P	2
5		C_{2h}	$2/m$	L_2PC	4
6	Ромбическая	D_2	222	$3L_2$	4
7		C_{2v}	$mm2$	L_22P	4
8		D_{2h}	mmm	$3L_23PC$	8
9	Тетрагональная	C_4	4	L_4	4
10		C_{4h}	$4/m$	L_4PC	8
11		D_4	422	L_44L_2	8
12		C_{4v}	$4mm$	L_44P	8
13		D_{4h}	$4/mmm$	L_44L_25PC	16
14		S_4	$\bar{4}$	L_{4i}	4
15		D_{2d}	$\bar{4}2m$	$L_{4i}2L_22P$	8
16	Тригональная	C_3	3	L_3	3
17		C_{3i}	$\bar{3}$	$L_{3i}C$	6
18		D_3	32	L_33L_2	6
19		C_{3v}	$3m$	L_33P	6
20		D_{3d}	$\bar{3}m$	$L_{3i}3L_23PC$	12
21	Гексагональная	C_6	6	L_6	6
22		C_{6h}	$6/m$	L_6	12
23		D_6	622	L_66L_2	12
24		C_{6v}	$6mm$	L_66P	12
25		D_{6h}	$6/mmm$	L_66L_27PC	24
26		C_{3h}	$\bar{6}$	L_3P	6
27		D_{3h}	$\bar{6}m2$	L_33L_24P	12
28	Кубическая	T	23	$3L_24L_3$	12
29		T_h	$m3$	$3L_24L_33PC$	24
30		O	432	$3L_44L_36L_2$	24
31		T_d	$\bar{4}3m$	$3L_{4i}4L_36P$	24
32		O_h	$m3m$	$3L_44L_36L_29PC$	48





$D_{4h} = 4/mmm = L_4 4L_2 5PC$

Кристаллографическая зона



Кристаллографической зоной или поясом, называется совокупность граней кристалла, параллельных одному направлению – оси зоны.

(hkl) $\quad [m^*n^*p^*]$

$$hm^* + kn^* + lp^* = 0$$

$$(h_1k_1l_1);(h_2k_2l_2) \Rightarrow [mnp]???$$

$$\begin{cases} h_1m + k_1n + l_1p = 0 \\ h_2m + k_2n + l_2p = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} m = k_1l_2 - l_1k_2 \\ n = l_1h_2 - h_1l_2 \\ p = h_1k_2 - k_1h_2 \end{cases} \Rightarrow \begin{Vmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{Vmatrix}$$

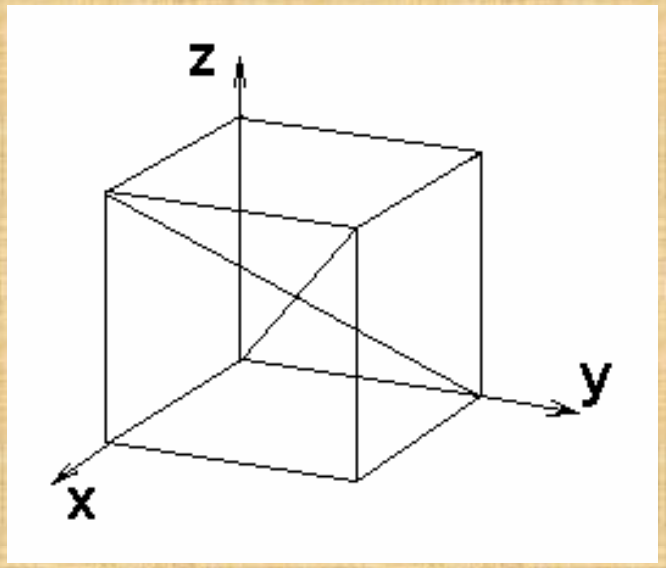
№ 4. Определить индексы плоскости проходящей через оси координат y и z

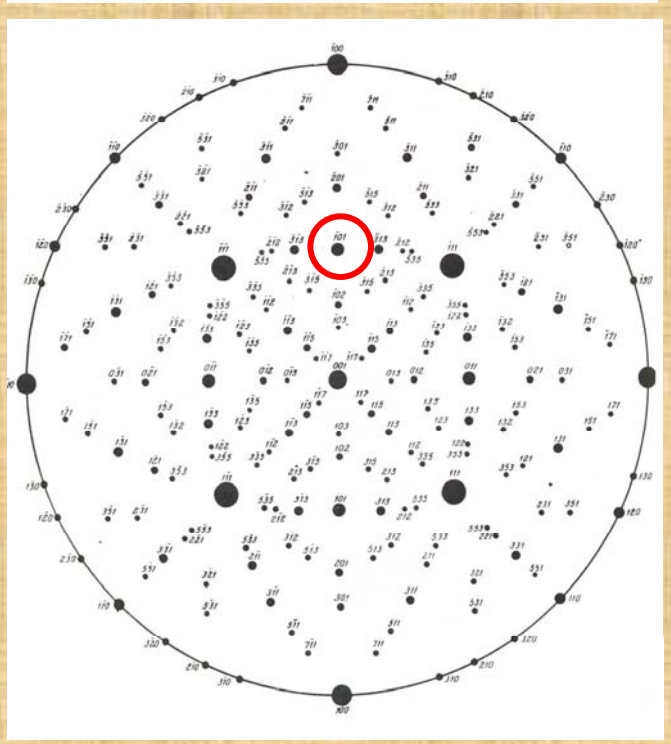
Индексы осей: **y – [010], z – [001]**

Запишем матрицу $\begin{Vmatrix} 010 \\ 001 \end{Vmatrix}$

Её минорами определяются индексы этой плоскости **h=1x1-0x0=1; k=0x0-0x1=0; l=0x0-1x0=0** т.е. индексы этой плоскости будут **(100)**

№ 4. Определить индексы плоскости проходящей через две телесные диагонали куба.





Выберем две телесных диагонали куба [111] и $\left[1\bar{1}1\right]$

Запишем матрицу $\left\|\begin{matrix}111\\1\bar{1}1\end{matrix}\right\|$

Раскрываем миноры: h=1x1-1x(-1)=2; k=1x1-1x1=0; 1x(-1)-1x1=-2,
таким образом индексы этой плоскости будут $\left(10\bar{1}\right)$

№5. Определить число атомов в элементарной ячейке железа, кристаллизующегося в кубической системе; ребро куба а=2,87Å, атомный вес железа 55,84; плотность ρ=7,8г/см3; $m_H=1,65x10^{-24}$г

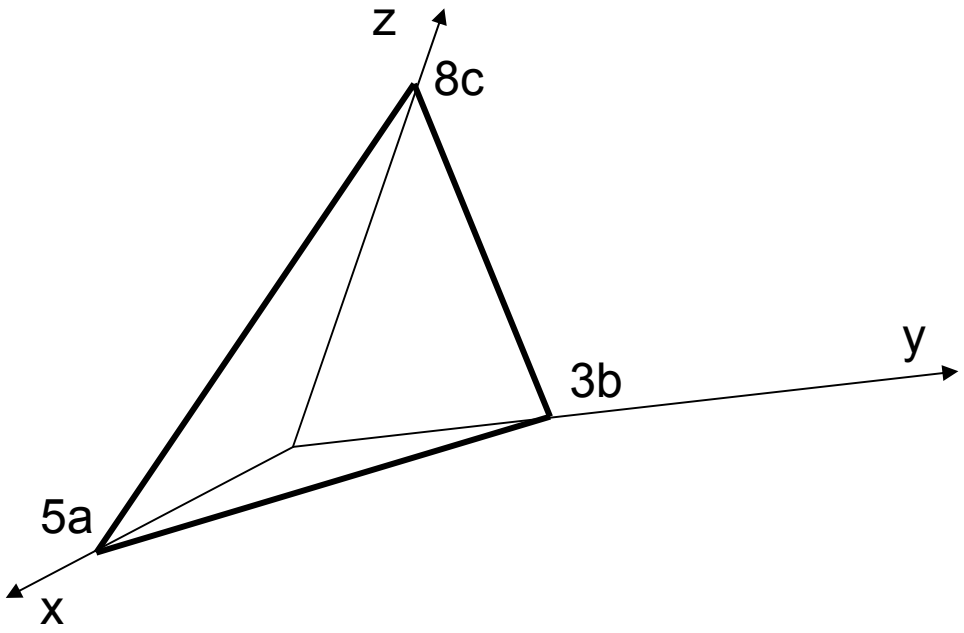
Применяя формулу плотности к элементарной ячейке, находим

$$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H}$$

$$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H} = \frac{7,8 \cdot (2,87)^3 \cdot 10^{-24}}{55,84 \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}} \cdot \left[\frac{г/см^3 \cdot см^3}{г} \right] \approx 2$$

т.е. на элементарную ячейку приходится 2 атома. Здесь А – атомный вес, m_H – масса атома водорода.

№6. Плоскость отсекает на осях координат отрезки 5, 3, 8 соответственно в параметрах элементарной ячейки a,b,c. Определить индексы Миллера таких плоскостей.



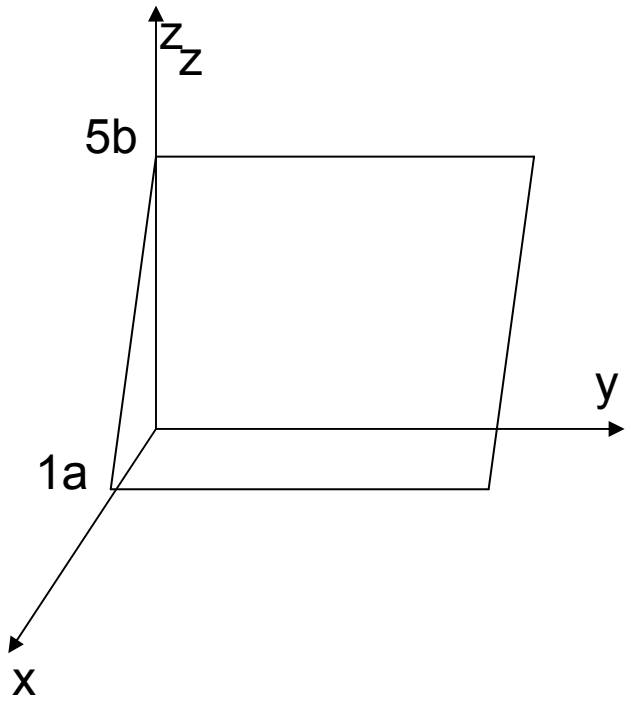
$$h = \frac{a}{5a} r$$

$$k = \frac{b}{3b} r$$

$$l = \frac{c}{8c} r$$

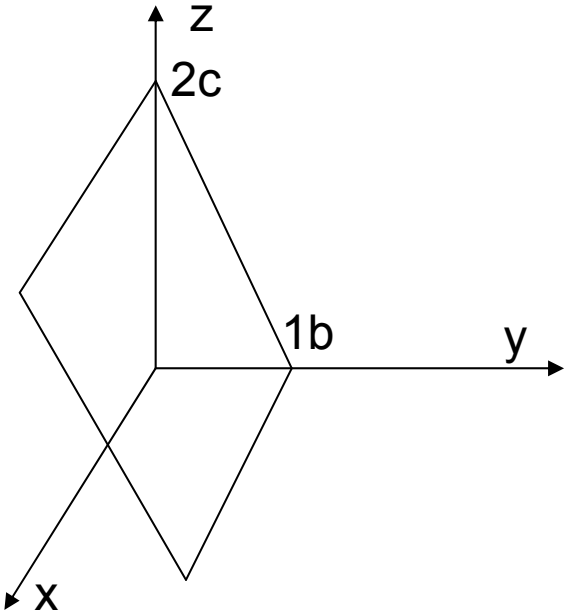
$$\frac{a}{5a}, \frac{b}{3b}, \frac{c}{8c} \rightarrow \frac{1}{5}, \frac{1}{3}, \frac{1}{8} \rightarrow (5 \times 3 \times 8) \times \frac{1}{5}, \frac{1}{3}, \frac{1}{8} \rightarrow (24 \cdot 40 \cdot 15)$$

$$h = \frac{a}{x_1} \cdot r \,,\; k = \frac{b}{y_1} \cdot r \,,\; l = \frac{c}{z_1} \cdot r$$



$$\frac{a}{1a},\frac{b}{\infty},\frac{c}{5c}\rightarrow(501)$$

$$(021)\rightarrow\frac{a}{\infty},\frac{b}{1b},\frac{c}{2c}$$



Обратная решетка. Её свойства

$\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ $\qquad \mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$ **Здесь *m,m,p*–целые числа**

$\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$ $\qquad \mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$ **Здесь *h,k,l* – тоже целые числа**

$$\begin{cases} (\mathbf{a},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{b}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{c}^*) = 1 \\ (\mathbf{a},\mathbf{b}^*) = (\mathbf{a},\mathbf{c}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{c}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{b}^*) = 0 \end{cases}$$

Например, равенство **(a,b*)=(c,b*)=0** говорит о том, что вектор **b*** перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **a** и **c**. Соответственно равенство **(a,c*)=(b,c*)=0** указывает на то, что вектор **c*** перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора, **a** и **b**. Ну а равенство **(b,a*)=(c,a*)=0** свидетельствует о том, что вектор **a*** - перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **b c**. Следовательно, можно записать

$$\begin{cases} \mathbf{a}^* = \alpha_1 [\mathbf{bc}] \\ \mathbf{b}^* = \alpha_2 [\mathbf{ca}] \\ \mathbf{c}^* = \alpha_3 [\mathbf{ab}] \end{cases}$$

Здесь $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ неизвестные коэффициенты пропорциональности. Воспользуемся первым условием для векторов обратной решетки. Подставим в него полученные нами значения векторов обратной решетки

$$(\mathbf{a},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{b}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{c}^*) = (\mathbf{a},\alpha_1[\mathbf{bc}]) = (\mathbf{b},\alpha_2[\mathbf{ca}]) = (\mathbf{c},\alpha_3[\mathbf{ab}]) = 1$$

Последние три равенства можно переписать так

$$\alpha_1\left(\mathbf{a},[\mathbf{bc}]\right)=\alpha_2\left(\mathbf{b},[\mathbf{ca}]\right)=\alpha_3\left(\mathbf{c},[\mathbf{ab}]\right)=1$$

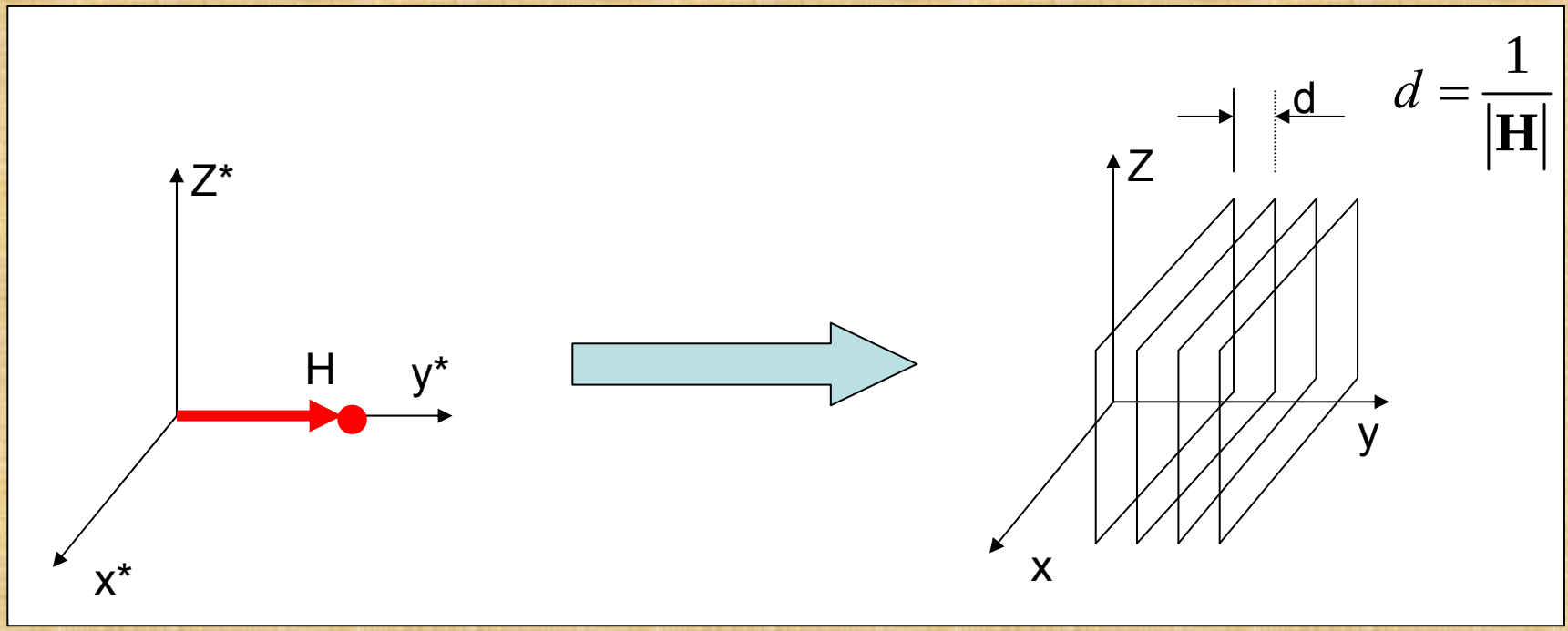
Однако из векторной алгебры известно, что смешанное произведения трех векторов **a,b,c** образующих параллелепипед равно объему этого параллелепипеда. Т.е.

$$V=\left(\mathbf{a}[\mathbf{bc}]\right)=\left(\mathbf{b}[\mathbf{ca}]\right)=\left(\mathbf{c}[\mathbf{ab}]\right)$$

Тогда $\alpha_1=\alpha_2=\alpha_3=\frac{1}{V}$

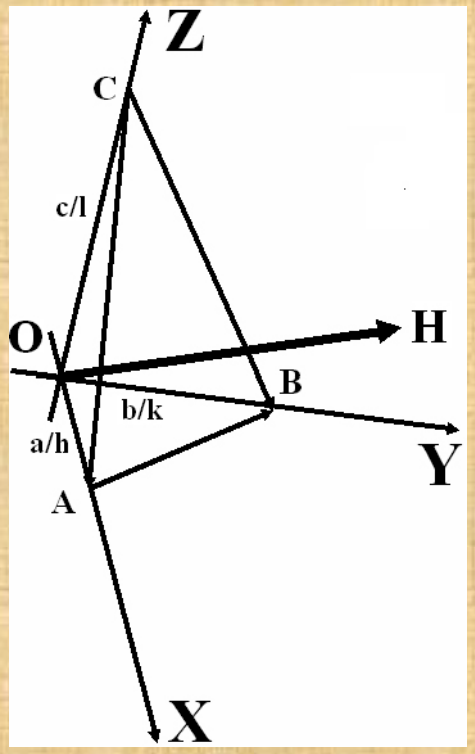
$$\begin{cases}\mathbf{a}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{bc}]\\ \mathbf{b}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{ca}]\\ \mathbf{c}^*=\frac{1}{V}[\mathbf{ab}]\end{cases}$$

№7. Чему в прямой решетке соответствует точка в обратной решетке



$$\begin{cases} (\mathbf{a},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{b}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{c}^*) = 1 \\ (\mathbf{a},\mathbf{b}^*) = (\mathbf{a},\mathbf{c}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b},\mathbf{c}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{a}^*) = (\mathbf{c},\mathbf{b}^*) = 0 \end{cases}$$

№8. Показать, что вектор обратной решетки H_{hkl} перпендикулярен плоскости прямой решетки с индексами (hkl).



Введем в обратной решетке вектор $\mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$

Этот вектор обладает чрезвычайно важным свойством – он всегда перпендикулярен плоскостям прямой решетки с индексами (*hkl*).

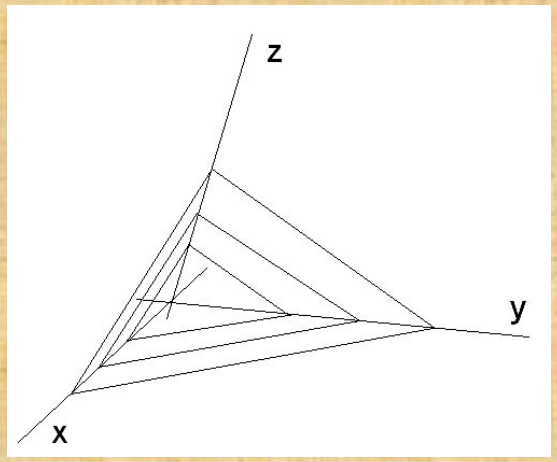
Рассмотрим, например, плоскость ABC в прямой решетке с индексами (*hkl*). Если вектор **H** перпендикулярен к этой плоскости (*hkl*), то скалярное произведение любого вектора лежащего в этой плоскости, будет равно нулю. Возьмем для простоты рассмотрения вектор **AB**. Он будет определяться как разность двух других векторов .

$$\mathbf{AB} = \mathbf{OB} - \mathbf{OA} = \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h}$$

Если вектор **H** перпендикулярен этой плоскости, скалярные произведения (**H**,**AB**), (**H**,**AC**), (**H**,**CB**) должны быть равны нулю.

$$\left(\mathbf{H}, \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h}\right) = \left(h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*, \frac{\mathbf{b}}{k} - \frac{\mathbf{a}}{h}\right) = 1 - 1 = 0$$

№9. Показать, что модуль вектора обратной решетки равен обратной величине межплоскостного расстояния для плоскостей с индексами (hkl) т.е. $|\mathbf{H}| = \frac{1}{d}$



Другим важнейшим свойством вектора **H** является то, что его модуль всегда равен обратной величине межплоскостного расстояния для плоскостей с индексами (*hkl*).

$$|\mathbf{H}| = \frac{1}{d_{hkl}}$$

Атомную решетку любой симметрии можно представить как набор семейств плоскостей с индексами (*hkl*), ($h_1k_1l_1$), ($h_2k_2l_2$), ….

$$\mathbf{R} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$$

R – текущий радиус-вектор точек одной из плоскостей с индексами (hkl)

Тогда уравнение любой такой плоскости можно записать в виде $\left(\mathbf{R}, \frac{\mathbf{H}}{|\mathbf{H}|}\right) = sd$

Здесь *d* - межплоскостное расстояние для этой системы плоскостей, *s* – целое число (например, для плоскости, проходящей через начало координат *s*=0)

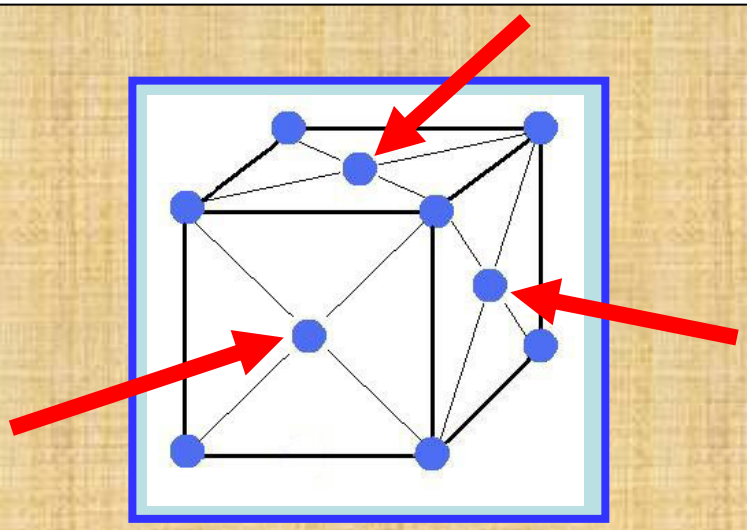
$\frac{\mathbf{H}}{|\mathbf{H}|}$ - единичный вектор нормали к плоскости.

$$sd = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(\mathbf{R}, \mathbf{H}) = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}, h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*) = \frac{1}{|\mathbf{H}|}(mh + nk + pl)$$

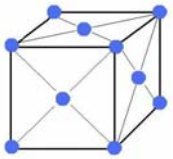
Вспоминая, что (mh+nk+pl)=s - уравнение плоскости, получим

$$d = \frac{1}{|\mathbf{H}|}$$

№10. Рассчитать структурную амплитуду для гранецентрированной кубической решетки. Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.



Для гранецентрированной кубической решетки базис записывается, как



$$\left[000, 0\frac{1}{2}\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\frac{1}{2}0, \frac{1}{2}0\frac{1}{2}\right]$$

Если положить, что все атомы, входящие в кристаллическую решетку, одинаковые, можно записать, что *f1=f2=f3=f4=f* и структурная амплитуда

$$F(hkl) = \sum f_j \cdot \exp 2\pi i\left(hx_j + ky_j + lz_j\right)$$

Подставляя в это выражение координаты базиса гранецентрированной решетки, получим

$$F(hkl) = f\left[1 + \exp \pi i(k+l) + \exp \pi i(h+k) + \exp \pi i(h+l)\right] =$$

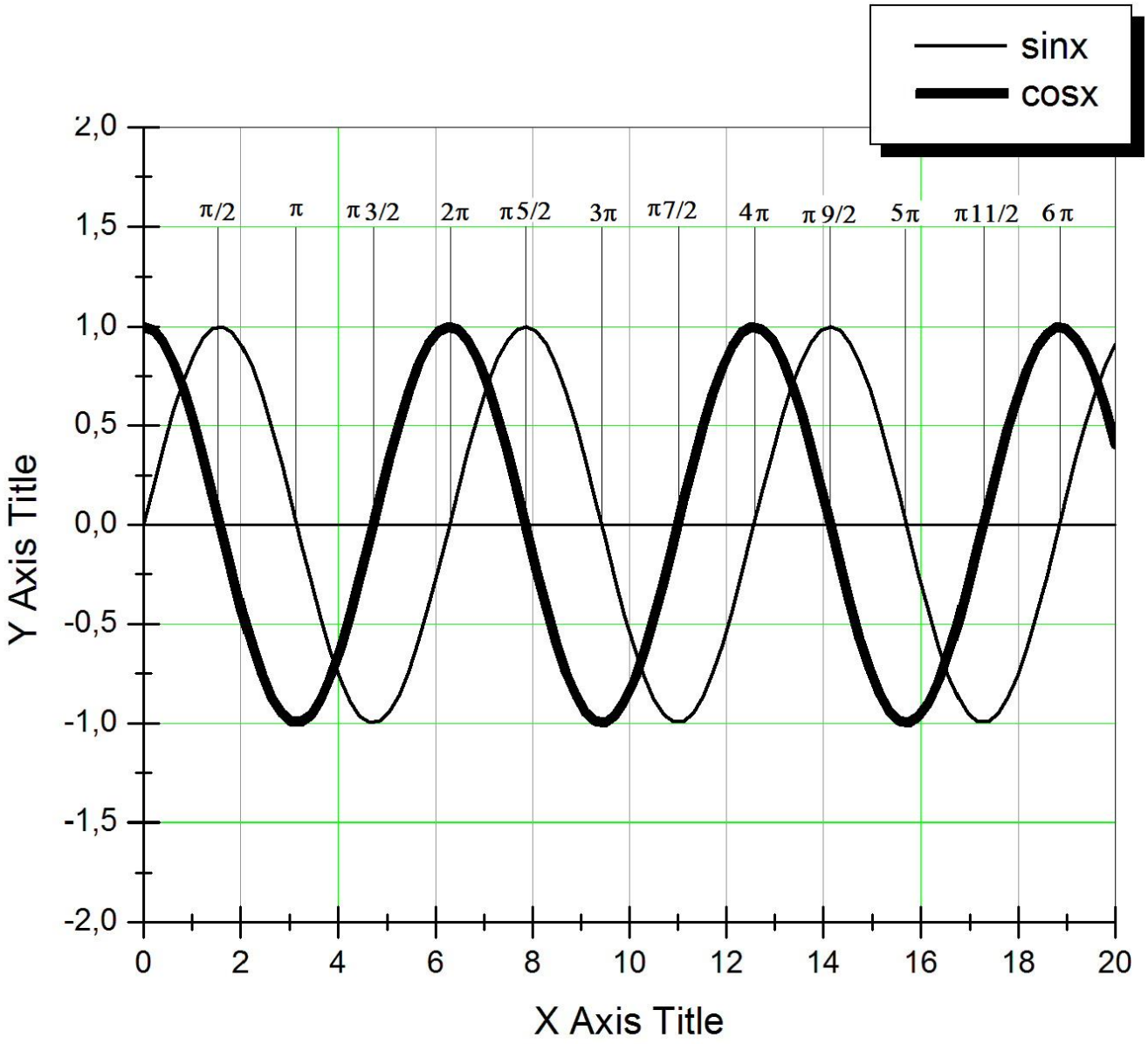
или, вспоминая формулы Эйлера –

$$= f\left[1 + \cos \pi(k+l) + \cos \pi(h+k) + \cos \pi(h+l)\right]$$

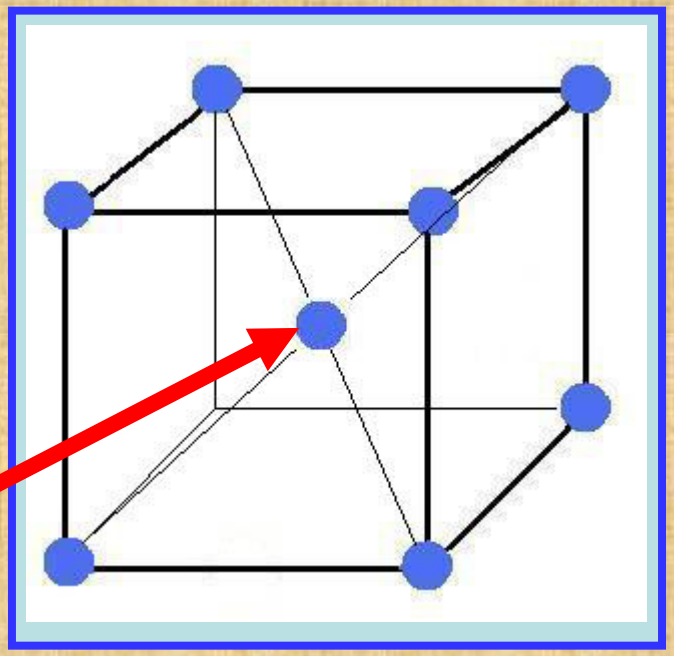
Следовательно, правила погасания будут выглядеть как:

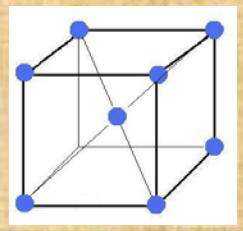
если hkl одновремнно четные или нечетные, то *F=4f;*

если hkl смешанные, то *F=0.*


sinx
cosx
2,0
1,5
1,0
0,5
0,0
-0,5
-1,0
-1,5
-2,0
π/2
π
π3/2
2π
π5/2
3π
π7/2
4π
π9/2
5π
π11/2
6π
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
Y Axis Title
X Axis Title

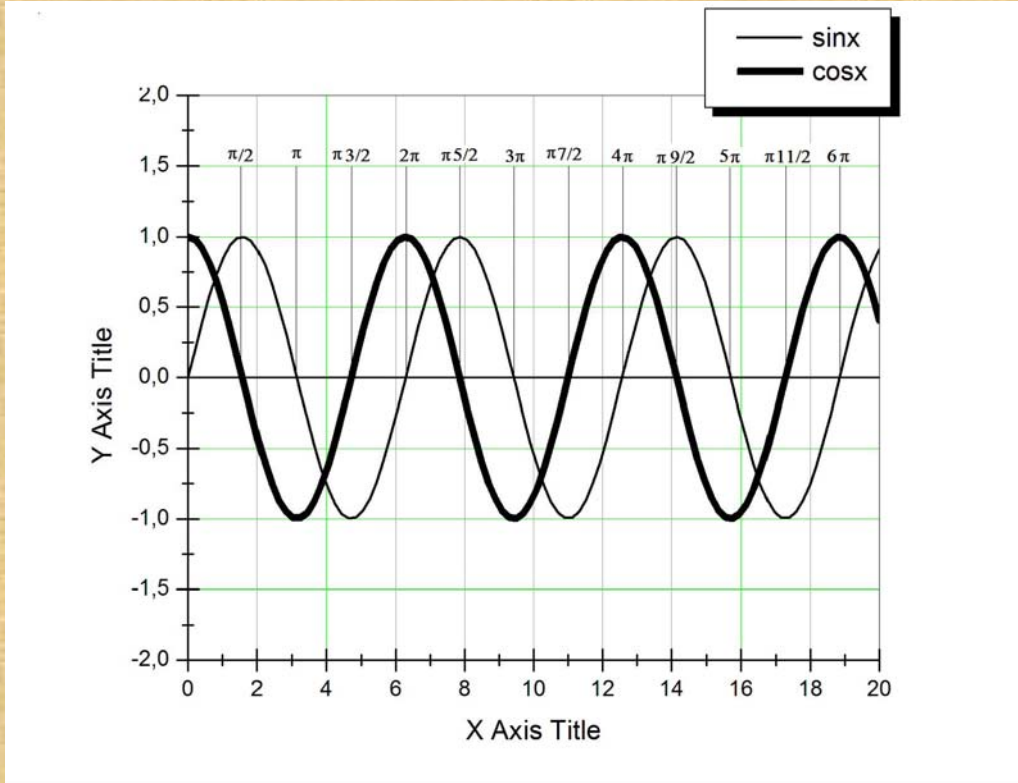
№11. Рассчитать структурную амплитуду для объемоцентрированной кубической решетки.
Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.





Объемоцентрированная решетка $\left[\begin{matrix}\\\\\\\end{matrix}\right.000, \frac{1}{2}\cdot\frac{1}{2}\cdot\frac{1}{2}\left.\begin{matrix}\\\\\\\end{matrix}\right]$

$$F = f\left[1+\exp\pi i\left(h+k+l\right)\right] = f\left[1+\cos\pi\left(h+k+l\right)\right]$$



$$F = \begin{cases} 0, \cdot если \cdot h+k+l = 2n+1 \\ 2f, \cdot если \cdot h+k+l = 2n \end{cases}$$

№12. Рассчитать структурную амплитуду, структурный фактор и определить законы погасаний для решетки алмаза.

Решетка алмаза это две гранецентрированные решетки сдвинутые по телесной диагонали на 1/4 ее длины.

[[000; 1/2,1/2,0; 1/2,0,1/2; 0,1/2,1/2; 1/4,1/4,1/4; 3/4,3/4,1/4; 3/4,1/4,3/4; 1/4,3/4,3/4]]

$$F(\mathrm{hkl}) = \sum_j f_j \exp 2\pi i\left(u_j h + v_j k + w_j l\right) =$$

$$\sum_j f_j \cdot \cos\left[2\pi\left(u_j h + v_j k + w_j l\right)\right] + i\sum_j f_j \cdot \sin\left[2\pi\left(u_j h + v_j k + w_j l\right)\right]$$

$$\frac{2\pi}{\lambda}(\mathbf{r},\mathbf{s}-\mathbf{s_0}) = 2\pi(\mathbf{r},\mathbf{H}) \qquad F(\mathrm{hkl}) = F_1 + F_1 \cdot e^{2\pi i(\mathbf{r},\mathbf{H})} = F_1 \cdot \left(1 + e^{2\pi i(\mathbf{r},\mathbf{H})}\right) = F_1 \cdot F_2$$

$$F_1 = 1 + e^{i\pi(h+k)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(k+k)}$$ -гранецентрированная решетка

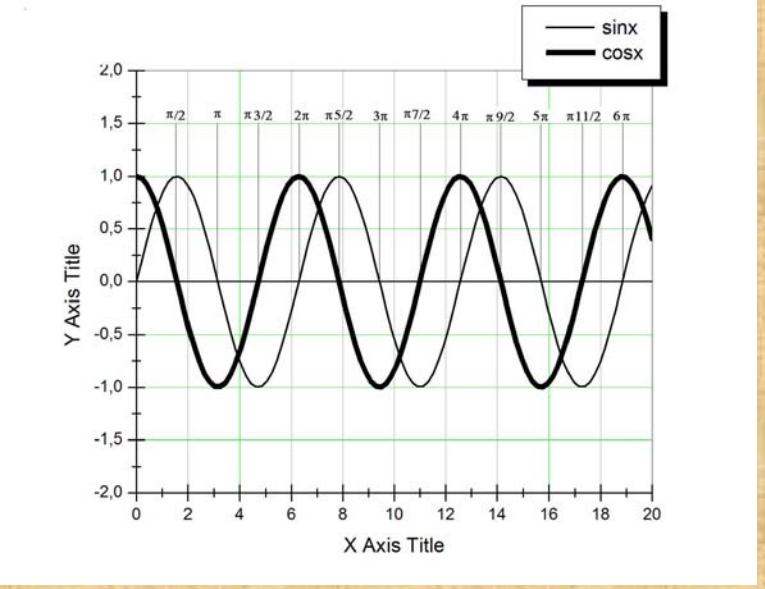
$$F(hkl) = fF_1F_2$$

$$F_2 = 1 + e^{i\frac{\pi}{2}(h+k+l)}$$

$F_1 = 0$, $F_2 = 0$ $\Big\}$ $h+k+l = 4n+2$

hkl – числа ∘ разной ∘ четности

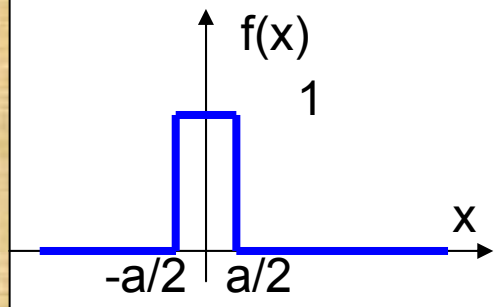
$F(hkl) = 0$ ∘ для ∘ 200, 222, 410, 600, ∘и ∘ т.д.



№13. На щель шириной a падает плоская волна. Рассчитать распределение излучения за этой щелью. (Дифракция на узкой щели).

$$f(x) \qquad \mathrm{F}\{f(x)\} = F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx$$

$$f(x) = \mathrm{F}^{-1}\left[\mathrm{F}\{f(x)\}\right] = \int_{-\infty}^{+\infty} F(u) \cdot e^{-2\pi i u x} dx$$



Запишем выражение, описывающее щель, в виде функции

$$f(x)=\begin{cases}0 & |x|<a/2\\ 1 & |x|\geq a/2\end{cases}$$

Фурье-образ такой функции будет описываться

$$F(u)=\int_{-a/2}^{a/2} f(x)\cdot e^{2\pi iux}dx=\int_{-a/2}^{a/2} e^{2\pi iux}dx$$

Вспоминая, что $\int e^{ax}dx=\frac{1}{a}e^{ax}$, и обозначая $a=2\pi iu$, можно записать значение интеграла, описывающего Фурье-образ,

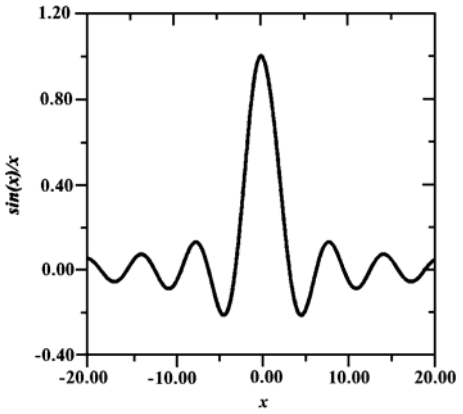
$$\int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi iux}dx=\frac{1}{2\pi iu}\cdot\left[e^{2\pi iu\cdot\frac{a}{2}}-e^{-2\pi iu\cdot\frac{a}{2}}\right]$$

или, используя формулы Эйлера, интеглал преобразутся к виду

$$\frac{1}{2\pi iu}\cdot\left[\cos(\pi ua)+i\sin(\pi ua)-\cos(\pi ua)+i\sin(\pi ua)\right]=$$

$$=\frac{1}{2\pi iu}\cdot\left[2i\sin(\pi ua)\right]=$$

$$=\frac{\sin(\pi ua)}{(\pi u)}$$



№14. Определить экстинкционную длину для отражения (220) кремния (излучения $MoK_{\alpha 1}$ и $CuK_{\alpha 1}$). Фурье-компонента поляризуемости для этого случая (MoK_{α}) $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$. Фурье-компонента поляризуемости для этого случая (CuK_{α}) $\chi_{(220)}=(9.74+i0.340)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния a=5,4306Å, длины волн соответственно равны $\lambda_{MoK\alpha 1}=0.70926Å$, $\lambda_{CuK\alpha 1}=1.54051Å$

Экстинкционная длина определяется соотношением $\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cos\theta}{c\sqrt{\chi_H \chi_{\bar{H}}}}$,

где χ_H и $\chi_{\bar{H}}$ - Фурье–компоненты поляризуемости кристалла для данной системы плоскостей. Если кристалл центросимметричный, $\chi_H = \chi_{\bar{H}}$

Параметр с – фактор поляризации . Если вспомнить, что $\sin\theta = \frac{\lambda}{2d}$, а d для кубического кристалла определяется квадратичной формой – $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$

$$\cos\theta = \sqrt{1 - \sin^2\theta} == \sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{4d^2}} = \sqrt{1 - \frac{\lambda^2\left(h^2 + k^2 + l^2\right)}{4a^2}},$$

тогда для излучения MoKα $\cos\theta = \sqrt{1 - \frac{0.711^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.902$ и соответственно

экстинкционная длина будет равна

$$\Lambda = 0.711\frac{0.902}{2.04 \cdot 10^{-6}} = 3.144 \cdot 10^5 \text{ Å} = 3.144 \cdot 10^{-5}\, м = 31,44 мкм$$

Для излучения CuKα ,
а экстинкционная длина будет равна

$$\cos\theta = \sqrt{1 - \frac{1.54^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.355$$

$$\Lambda = 1.54\frac{0.355}{9.74 \cdot 10^{-6}} = 5.615 \cdot 10^3 \text{ Å} = 5.615 \cdot 10^{-7}\, м = 0.5615 мкм$$

№15. Оценить толщину кристалла кремния, при которой соотношение амплитуд нормальной и аномальной волн для симметричного отражения (220) на излучении MoK_{α} будет составлять 1/10. Фурье-компонента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$. Нулевой член Фурье-компоненты поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_0=(3.156+i0.0162)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния составляет a=5,4306Å.

Величины поглощения для нормальной и аномальной волн задаются соотношением

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_0}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}\right)$$

Знак плюс относится к поглощению нормальной моды. Здесь $\mu_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_{i0}$ - фотоэлектрическая часть поглощения.

Запишем интенсивности нормальной и аномальной волн в зависимости от толщины кристаллов

$$I_1 = I_0 \cdot \exp(-\mu_1 t) \quad I_2 = I_0 \cdot \exp(-\mu_2 t)$$ Тогда

$$\ln(I_1 / I_2) = (\mu_2 - \mu_1) \cdot t$$ и следовательно искомая толщина равна

$$t = \frac{\ln(I_1 / I_2)}{(\mu_2 - \mu_1)}$$ Числитель этого выражения задан условием задачи. Знаменатель задается выражением

$$\mu_2 - \mu_1 = \frac{2\pi\chi_{i0}}{\lambda\cos\theta} \cdot \left(1 + c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}} - 1 + c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}\right) = \frac{4\pi c}{\lambda\cos\theta} \cdot \chi_{ih}$$

$$t = \frac{\ln(10) \cdot 0,711 \cdot \sqrt{1 - 0,185^2}}{4\pi \cdot 0,017 \cdot 10^{-6}} = 7,531 \cdot 10^6 \text{ Å}$$ $7{,}531\times10^{-4}$м=7.531×10^{2}мкм

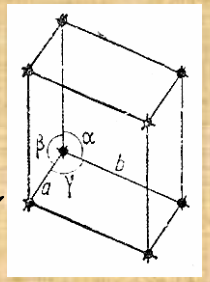
№16 Определить элементы симметрии:

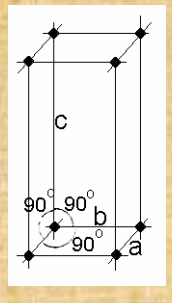
а) - косоугольного параллелепипеда;

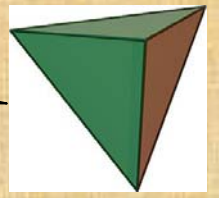
б) - прямоугольного параллелепипеда;

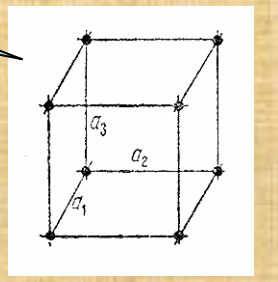
в) - тетраэдра;

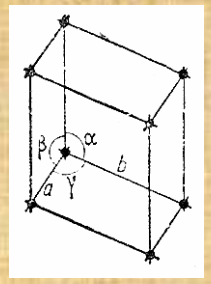
г) - куба



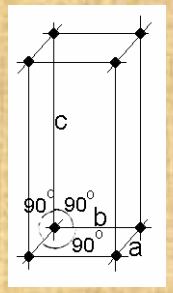




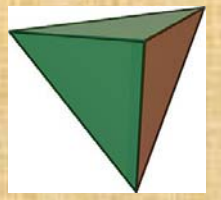




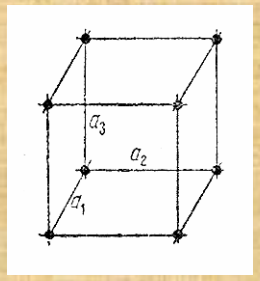
а) - C_i;



б) - $3C_2$, 3P, C_i;



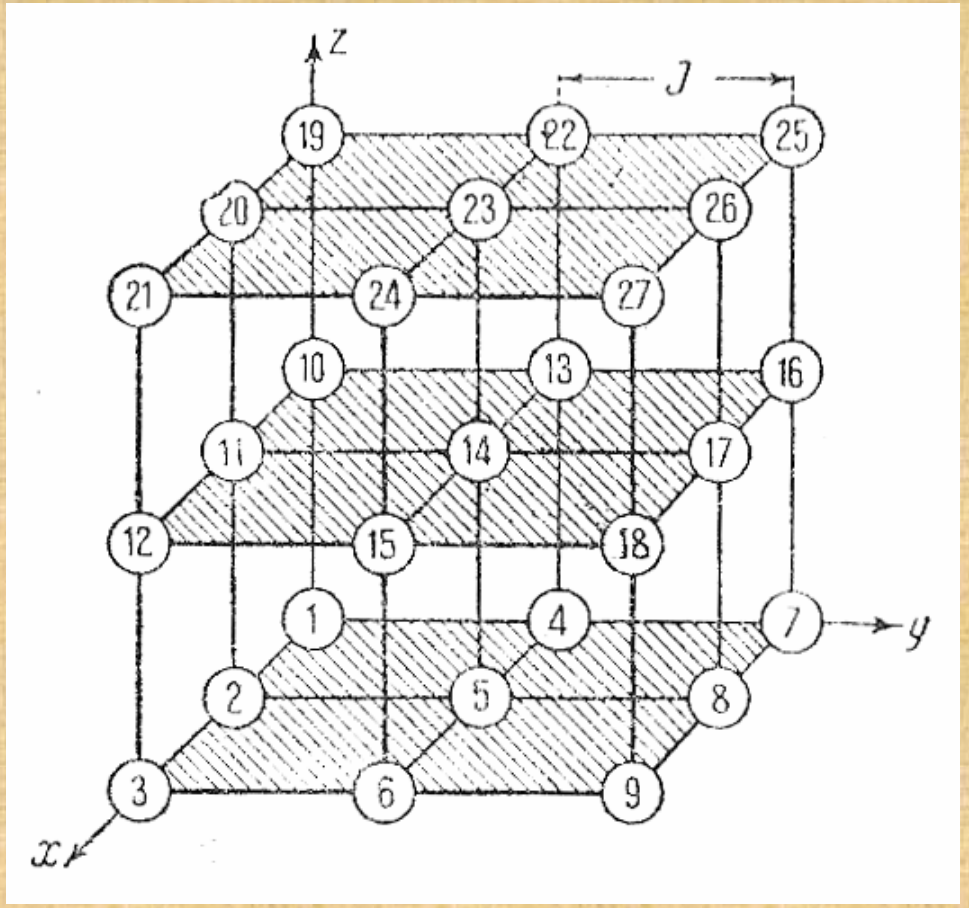
в) - $4C_3$, $3C_2$, 6P; -

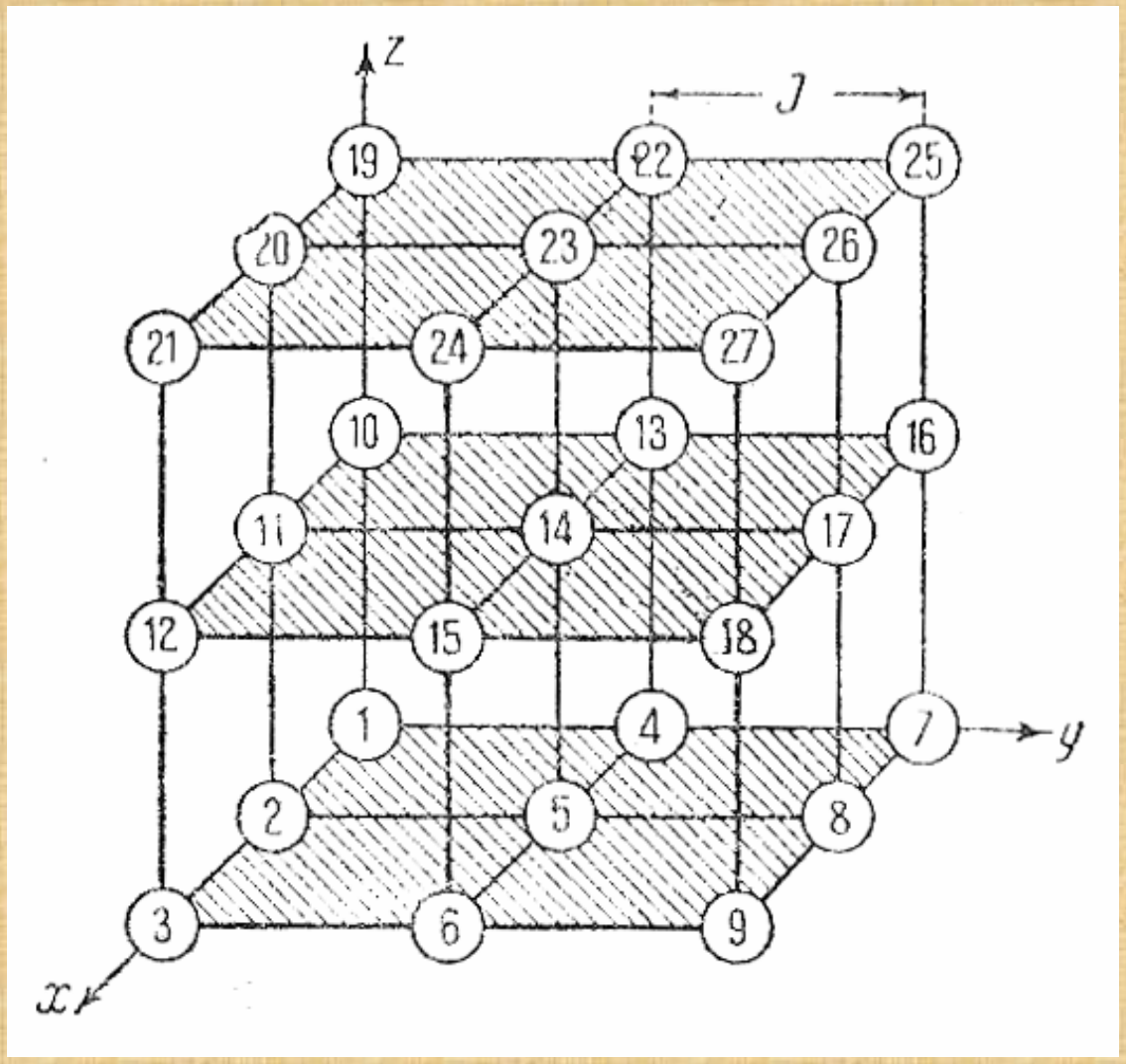


г) - $3C_4$, $4C_3$, $6C_2$, 9P, C

№17 Найти индексы прямых, проходящих через узловые точки:

а) – 1, 27;
б) – 10, 18;
в) – 20, 22;
г) – 12, 23;
д) – 19, 5;
е) – 8, 21





а) – 1, 27;

б) – 10, 18;

в) – 20, 22;

г) – 12, 23;

д) – 19, 5;

е) – 8, 21

а) – [111];

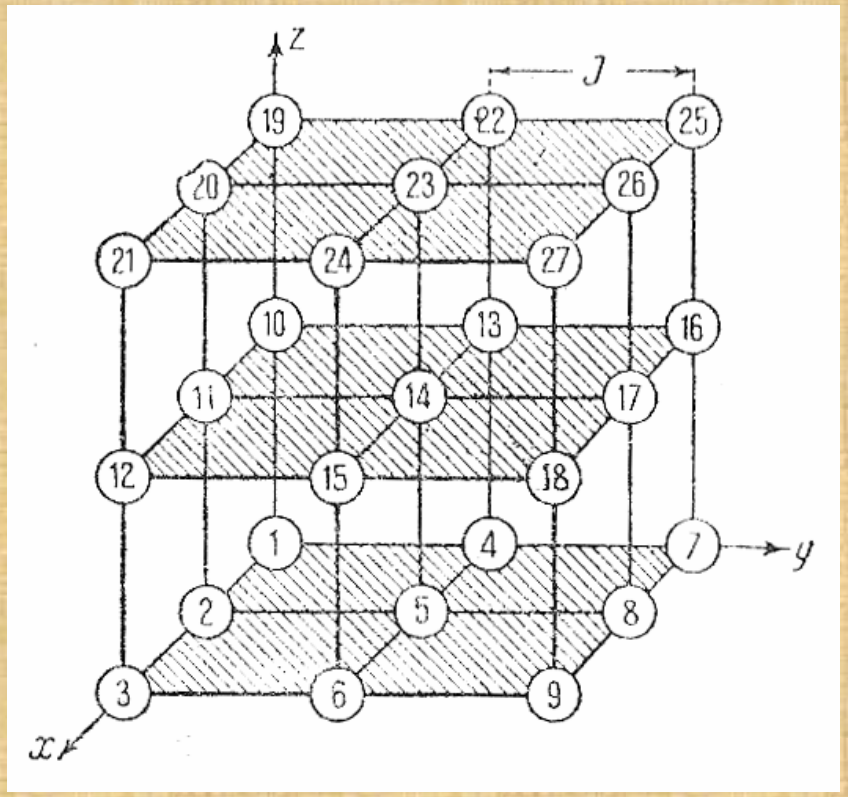
б) – [110];

в) – [1-10];

г) – [-111];

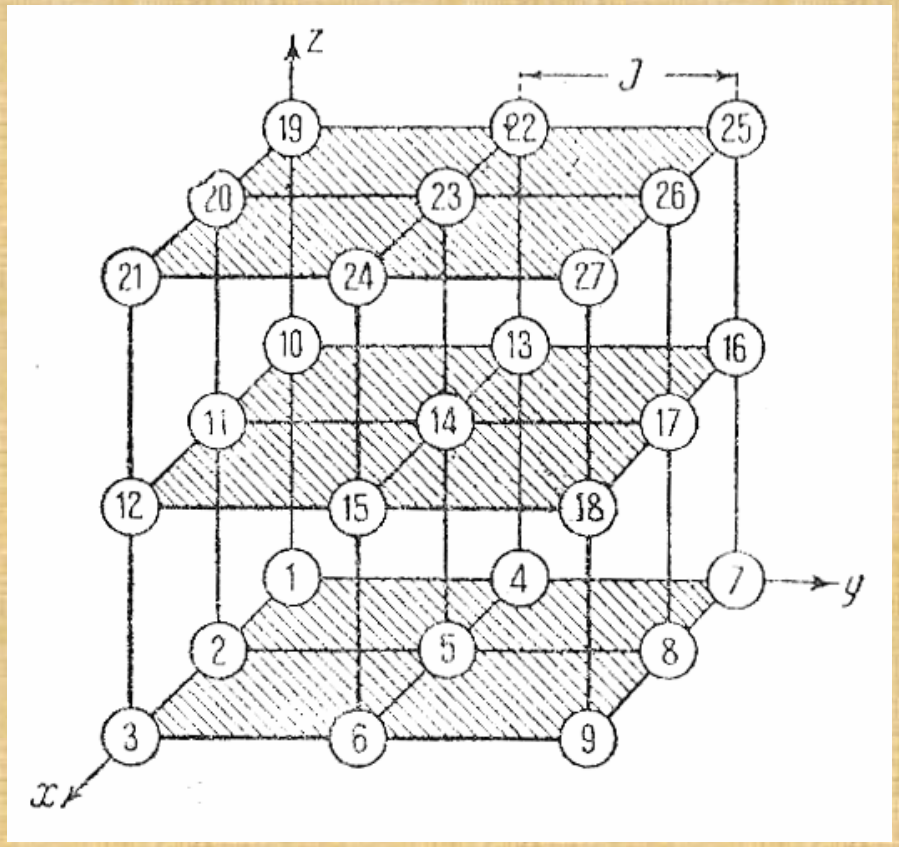
д) – [11-2];

е) – [1-2-2]



№18 Определить индексы плоскостей, проходящих через узловые точки:

а) 3, 7, 19;
б) 1, 9, 19;
в) 21,14, 16;
г) 3, 7, 10;
д) 3, 13, 19;
е) 3, 22, 24



а) 3, 7, 19; ⟹ а) (111)

б) 1, 9, 19; ⟹ б) (1-10)

в) 21,14, 16; ⟹ в) (110)

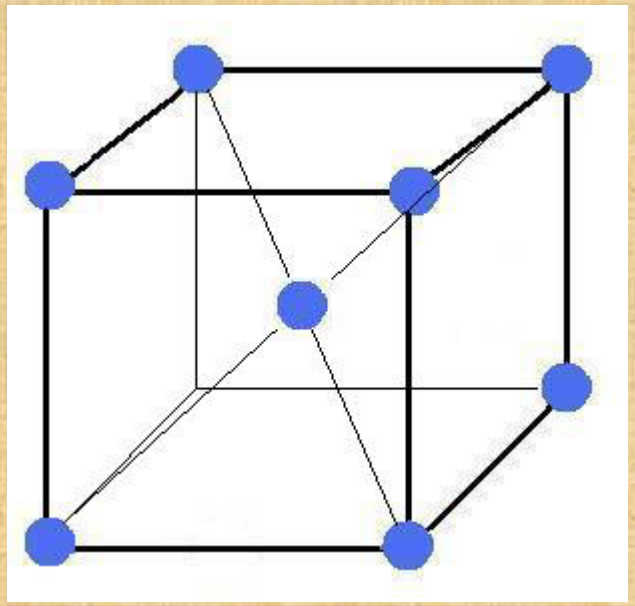
г) 3, 7, 10; ⟹ г) (112)

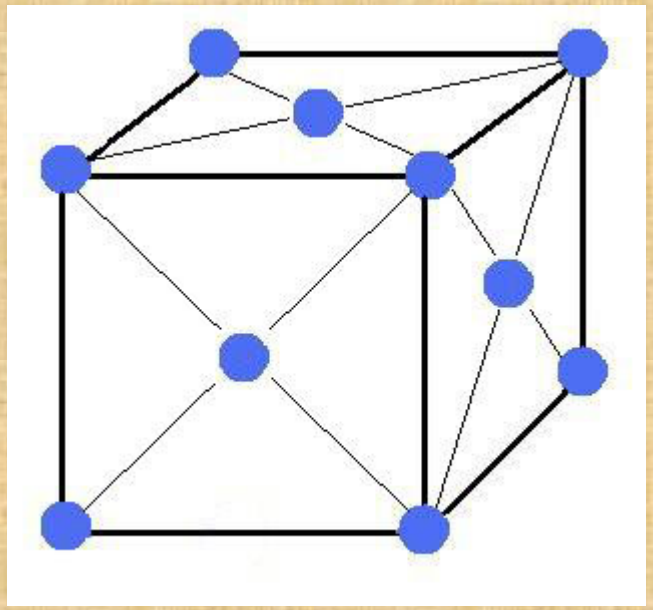
д) 3, 13, 19; ⟹ д) (111)

е) 3, 22, 24 ⟹ е) (021)

№19 Какая решетка получится, если в кубической решетке одновременно центрировать грани решети и объем?

Так как расстояние от узла, находящегося в центре куба, до узла находящегося в центре граней, равно *a/2*, где *a* - сторона куба, период идентичности уменьшается вдвое и в результате мы приходим к примитивной решетке с периодом *a/2*.





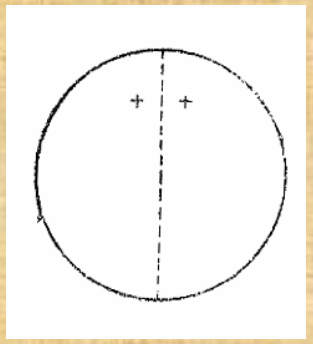
№20 Изобразить на стереографической проекции:

а) плоскость симметрии перпендикулярную к плоскости проекии;

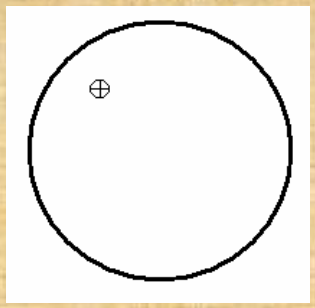
б) плоскость симметрии, совпадающую с основным кругом проекции;

в) зеркально-поворотную ось 2-ого порядка S_2

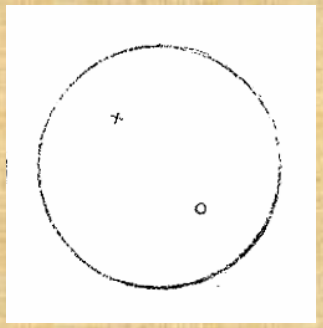
а) плоскость симметрии перпендикулярную к плоскости проекии;



б) плоскость симметрии, совпадающую с основным кругом проекции;



в) зеркально-поворотную ось 2-ого порядка S_2;



№21 Определить плотность кристалла меди, имеющего кубическую решеткус базисом (000, ½ ½ 0, ½ 0 ½, 0 ½ ½). Парметр элементарной ячейки a=3,61 Å, вес атома меди $P_{cu} = A \times m_H = 63,57 \times 1,65 \times 10^{-24}$г. (здесь A - атомный вес меди, m_H - масса атома водорода)

По определению плотность вещества $\rho = M / V$, где M – масса вещества, а V – занимаемый объем. Применяя эту формулу к элементарной ячейке, получаем $\rho = NP / V$ Здесь N- число атомов в элементарной ячейке, P – масса атома и V объем ячейки. Для кристалла меди получаем

$$\rho = \frac{4 \cdot P}{a^3} = \frac{4 \cdot 63,57 \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}}{(3,61)^3 \cdot 10^{-24}} = 8,9 \; {}^{г}\!/_{см^3}$$

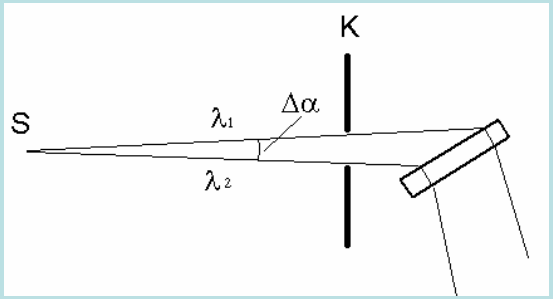
что совпадает с табличным значением плотности меди, определяемым обычным методом взвешивания .

ПРИМЕРЫ
РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ПО КУРСУ
ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ
№ 2

Проф., дфмн Суворов Э.В.

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

№10. Рассчитать необходимую ширину щели коллиматора для выделения $K\alpha 1$ линии в методе Ланга. Исследуемый кристалл - кремний, a=5,4306Å; отражение (220); расстояние от источника до выходной щели коллиматора 450мм; источник - точечный. Длины волн $\lambda_{K\alpha 1}$=0,70926Å; $\lambda_{K\alpha 2}$=0,71354Å



Ширина щели, формирующая пучок, определяет величину расходимости падающего на кристалл пучка. Для того, чтобы исследуемый кристалл отражал только одну длину волны $\lambda K\alpha 1$, необходимо, чтобы угловая ширина падающего на кристалл пучка была меньше углового интервала между отражениями $\lambda K_{\alpha 1}$ и $\lambda K_{\alpha 2}$ (см.рисунок).

Запишем условия Брэгга для этих длин волн $2d \cdot \sin\theta_1 = \lambda_{K\alpha 1}$ $2d \cdot \sin\theta_2 = \lambda_{K\alpha 2}$

Отсюда легко найти разницу между угловыми положениями θ_1 и θ_2 т.е.

$$2d\cos\theta \cdot \delta\theta = \delta\lambda \qquad \delta\theta = \frac{\delta\lambda}{2d\cos\theta} = \frac{\delta\lambda}{\cos\theta\lambda/\sin\theta} \qquad \delta\theta = \frac{\delta\lambda}{\lambda}\cdot tg\theta$$

Следовательно, угловая и линейная ширина щели соответственно равны

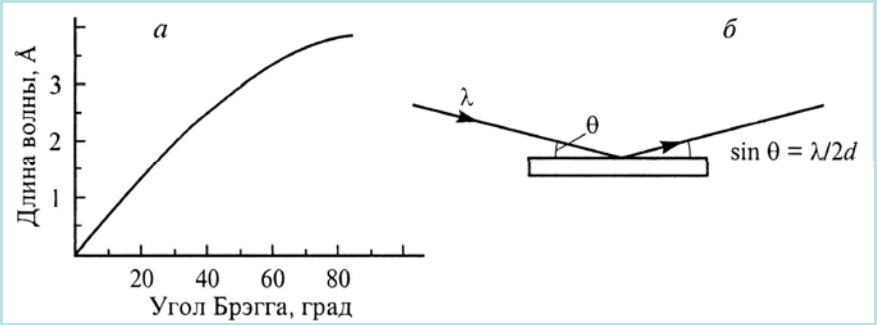
$$\Delta\alpha \approx \delta\theta = \theta_2 - \theta_1 \qquad \Delta = \Delta\alpha \cdot D$$

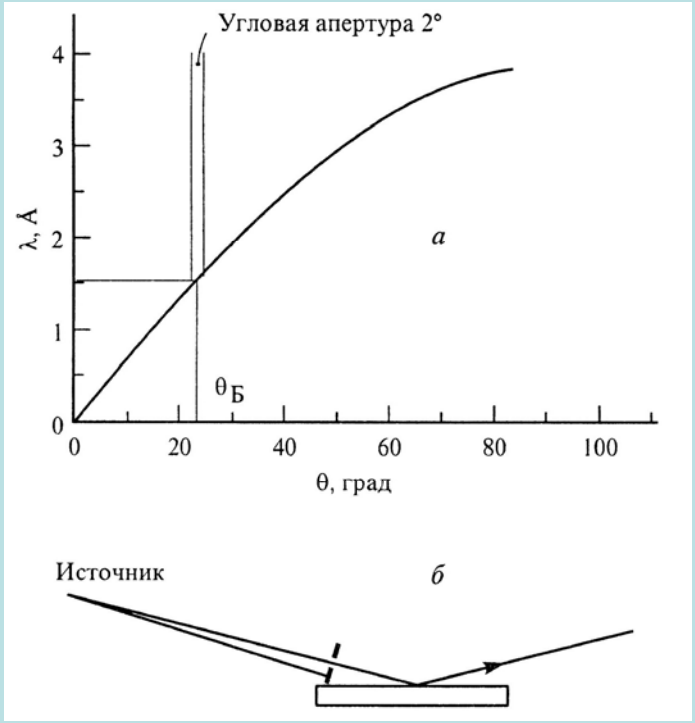
Определяя значение тангенса угла Брэгга и подставляя его в приведенное выше выражение, получим

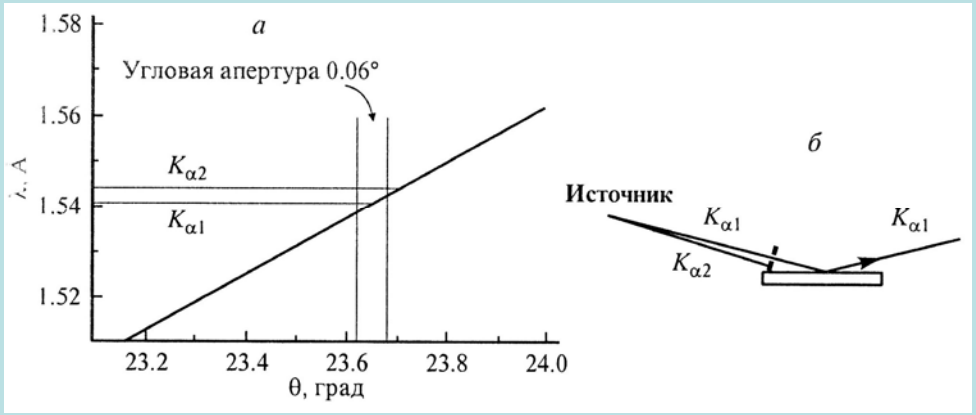
$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\cos\theta} = \frac{0.711\sqrt{2}}{5.4306\sqrt{1-\left(0.711\sqrt{2}/5.4306\right)^2}} = 0.188$$

и, следовательно, ширина щели равна $\Delta = \frac{(0.71354 - 0.709926)}{0.711}\cdot 0.188 \cdot 450 = 0.509mm$

Основные идеи диаграмм Дю Монда







DuMond J.W. Phys. Rev. (1937), 52, p.872

№1 Какое предельное разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, 400kV если все ошибки за исключением дифракционной равны нулю. Релятивистскую поправку не учитывать. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад.

$$\Delta r_D = \frac{0.61}{\alpha}\lambda \qquad \lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}}$$

100 kV

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}} = 12,26 / \sqrt{10^5} = 0,039\,\text{Å}$$

400 kV

$$\lambda = 12,26 / \sqrt{4 \cdot 10^5} = 0,0193\,\text{Å}$$

$$\Delta r_D{}^{100} = 0.61 \cdot \frac{0.039}{6 \cdot 10^{-3}} = 3.965\,\text{Å}$$

$$\Delta r_D{}^{400} = 0.61 \cdot \frac{0.019}{6 \cdot 10^{-3}} = 1.932\,\text{Å}$$

№2 Определить длину волны электронов с учетом релятивистских поправок и без них в электронном микроскопе с ускоряющими напряжениями 100kV, 400kV. Какую ошибку вносит отсутствие релятивистских поправок.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \qquad \lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}}$$

$$\lambda_{\text{классик}} = \frac{12,26}{\sqrt{E}}\left(\text{Å}\right) \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{E \cdot \left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot E\right)}}\left(\text{Å}\right)$$

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{100000}} = 0,039\left(\text{Å}\right)$$

100 kV

$$\lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{10^5 \cdot \left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot 10^5\right)}} = 0,037\left(\text{Å}\right)$$

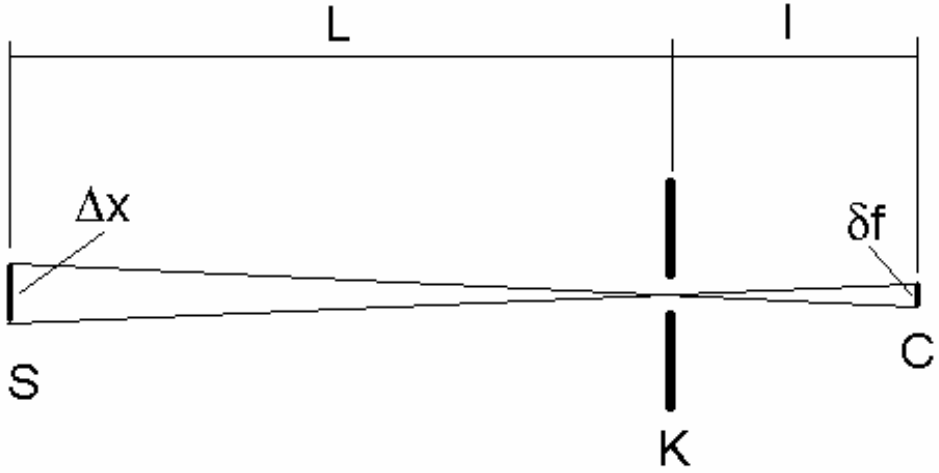
E (kV)	λ (Å)	$\lambda_{рел}$ (Å)
E=100kV	λ=0.039Å	$\lambda_{рел}$=0.037Å
E=400kV	λ=0,019Å	$\lambda_{рел}$=0,0164Å
E=600kV	λ=0,016Å	$\lambda_{рел}$=0,0126Å

№3 Оценить пространственное разрешение на рентгеновской топограмме снятой по методу Ланга. Излучение MoKα1 (λ=0,70926Å), расстояние образец - фотопластинка l=10мм, размеры источника Δx=30мкм, расстояние источник - щель L=450мм, используемое отражение (220), фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi(220)=(2.04+i0.017)10^{-6}$.

$$\delta x_{\Sigma} = \delta x_D + \delta x_{\Delta\lambda} + \delta f$$

1. $\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta \qquad \Lambda = \dfrac{\lambda \cos\theta}{c\chi_H}$

2. $\delta f = \dfrac{l}{L} \cdot \Delta x$



3. $\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D \qquad \delta\theta_D = tg\theta \cdot \dfrac{\delta\lambda}{\lambda}$

$$2d \cdot \sin\theta = \lambda$$

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

$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\sqrt{1 - \sin^2\theta}}$$

$$\sin\theta = \frac{0,711 \cdot \sqrt{2}}{5,4306} = 0,185$$

$$tg\theta = \frac{0,185}{\sqrt{1 - (0,185)^2}} = 0,188$$

1. **Дифракционное разрешение (размытие)**

$$\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta = 31,44 \times 0,188 = 5,911\text{мкм}$$

2. **Спектральное уширение (размытие)**

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D$$

$$\delta\theta_D = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda} = 0,188 \cdot 0,006 = 1,128 \cdot 10^{-3} \qquad \frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{0,71354 - 0,70926}{0,711} = 0,006$$

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D = 10 \cdot 1,128 \cdot 10^{-3} = 11,28\text{мкм}$$

3. **Геометрическое уширение (размытие)**

$$\delta f = \frac{l}{L} \cdot \Delta x = \frac{10}{450} \cdot 10 = 0,222\text{мкм}$$

$$\delta x_\Sigma = \delta x_D + \delta x_g + \delta f = 5,9 + 11,3 + 0,2 = 17,4\,\mu m$$

№4 Какой контраст (экстинкционный или борматовский) будет наблюдаться на топограмме монокристалла кремния толщиной 900мкм на отражении (220) на излучении а)-MoKα1 - $\chi_{oi} = 0,0162$

б)-CuKα1 - $\chi_{oi} = 0,351$

μt

$\mu t \le 1$ экстинкционный

$\mu t >> 1$ бормановский

$$\mu_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_{i0}$$

MoK_α $\dfrac{2\pi(0,0162)\cdot 10^{-6}}{0,711}\cdot 9\cdot 10^7 = 1,432\cdot 10^{-7}\cdot 9\cdot 10^7 = 12,888$

CuK_α $\dfrac{2\pi(0,351)\cdot 10^{-6}}{1,54}\cdot 9\cdot 10^7 = 1,432\cdot 10^{-6}\cdot 9\cdot 10^7 = 128,88$

№5 Какое разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, если учесть дифракционную ошибку и сферическую аберрацию. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад. Коэффициент сферической аберрации C_s=0,17мм.

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s$$

$$\Delta r_d = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda \qquad \Delta r_s = \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3$$

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda + \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3 = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}} + \mathrm{C}_s \cdot \alpha^3 =$$

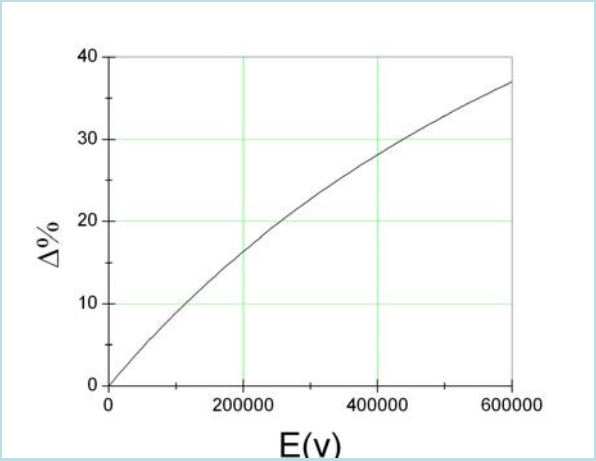
$$= 0,61 \frac{0,039}{6 \cdot 10^{-3}} + 1,7 \cdot 10^6 \cdot \left(2 \cdot 10^{-2}\right)^3 = 3,965 + 13,6 \text{ Å}$$

№6 Определить величину ускоряющего напряжения, начиная с которого разница длин волн электронов с учетом и без учета релятивистской поправки будет составлять 15 процентов.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + eE/2mc^2\right)}}$$

$$\lambda_{\text{кл}} = \frac{12,26}{\sqrt{E}} \qquad \lambda_{\text{рел}} = \frac{12,26}{\sqrt{E\left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} E\right)}}$$

$$\Delta = \frac{\lambda - \lambda_{rel}}{\lambda} \cdot 100 = \left(1 - \frac{1}{1 + 0,978 \cdot 10^{-6} \cdot E}\right) \cdot 100$$



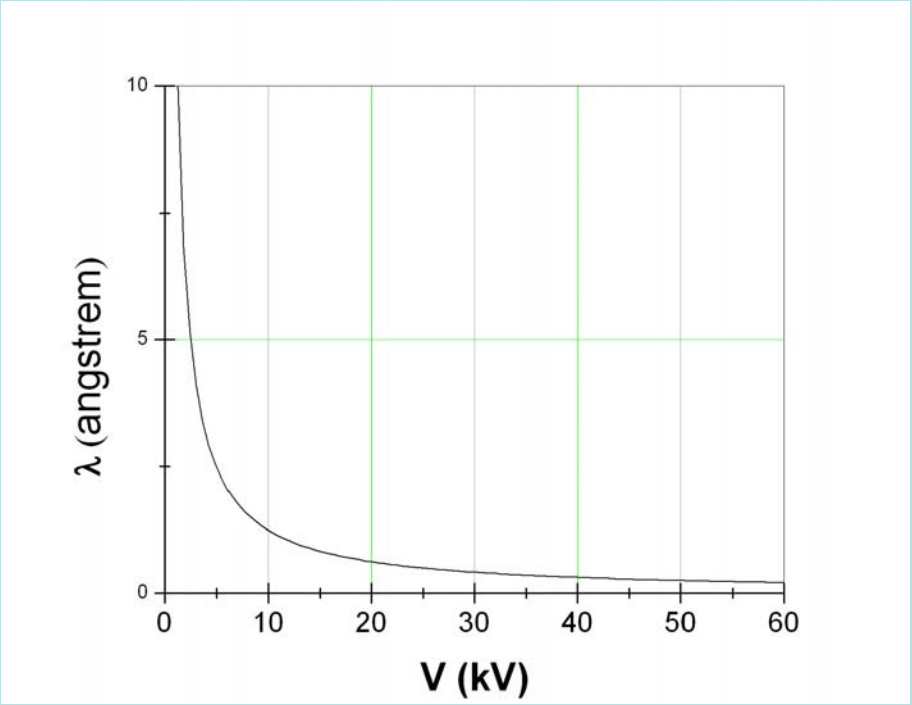
В результате получим искомое значение ускоряющего напряжения порядка 150кв, при котором ошибка составит 15%.

№7 Определить коротковолновую границу тормозного спектра рентгеновского излучения для ускоряющего напряжения 20kV, 40kV, 60kV.

$$h\nu_{\max} = \frac{hc}{\lambda_{\min}} = eV$$

$$\lambda_{\min} = \frac{12394}{V}$$

V=20000v	**λ=0,620Å**
V=40000v	**λ=0,309Å**
V=60000v	**λ=0,206Å**



№8 При съемке на дифрактометре в медном излучении в качестве селективного фильтра используется никель. Определить, насколько уменьшится интенсивность K_α и K_β излучений. Толщина фильтра 0,0021см, $\rho_{Ni}=8,9\times10^3$ кг/м^3. В области длин волн $\lambda=1,5$Å в никеле наблюдается резкий скачек коэффициента поглощения

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\alpha} = 45,9 \qquad \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\beta} = 275$$

Используя значение ρ_{Ni}, определяем μ для CuK_α и CuK_β излучений.

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\alpha} = 45,9 \qquad \mu_{CuKa} = 45,9 \times 8,9 \times 10^3 = 408,51$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\beta} = 275 \qquad \mu_{CuK_\beta} = 275 \times 8,9 \times 10^3 = 244,5 \times 10^3$$

Из закона поглощения найдем $I = I_0 e^{-\mu d}$ $\qquad \frac{I}{I_0} = e^{-\mu d}$

$$\left(\frac{I}{I_0}\right)_{CuK_\alpha} = 0,42 \qquad \left(\frac{I}{I_0}\right)_{CuK_\beta} = 0,0058$$

№9 Длина волны K_α-серии меди λK_α=1,540Å. Определить длину волны K_α-серии молибдена, если z_{Cu}=29, z_{Mo}=42.

$$\sqrt{\frac{\nu}{R}} = a \cdot (Z - \sigma)$$

$$\sqrt{\nu} = c(z - \sigma)$$

R-постоянная Ридберга, а-константа определяемая типом линии.

Для K_α $\sigma \approx 1$, а~3/4

$$\lambda = \frac{B}{(z - \sigma)^2}$$

$$\frac{\lambda_{MoK\alpha}}{\lambda_{CuK\alpha}} \approx \frac{(z_{CuK\alpha} - 1)^2}{(z_{MoK\alpha} - 1)^2} \qquad \lambda_{MoK\alpha} \approx \lambda_{CuK\alpha} \cdot \frac{(z_{CuK\alpha} - 1)^2}{(z_{MoK\alpha} - 1)^2}$$

$$\lambda_{MoK\alpha} \approx 1{,}540 \cdot \frac{(29 - 1)^2}{(42 - 1)^2} = 0{,}71\ \text{Å}$$

№10 Определить количество экстинкционных полос которое будет наблюдаться на топограмме кристалла кремния с клиновидным срезом на краю. Толщина кристалла 450мкм, поверхность кристалла перпендикулярна вектору [111], топограмма снята на отражении (220) перпендикулярном поверхности кристалла на излучении $MoK_{\alpha 1}$ (λ=0,70926Å). Фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi(220)=(2.04+i0.017)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния a=5,4306Å.

$$n = \frac{t}{\Lambda}$$ t – толщина кристалла, а Λ - экстинкционная длина.

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cos\theta}{c\sqrt{\chi_H \chi_{\bar{H}}}}$$

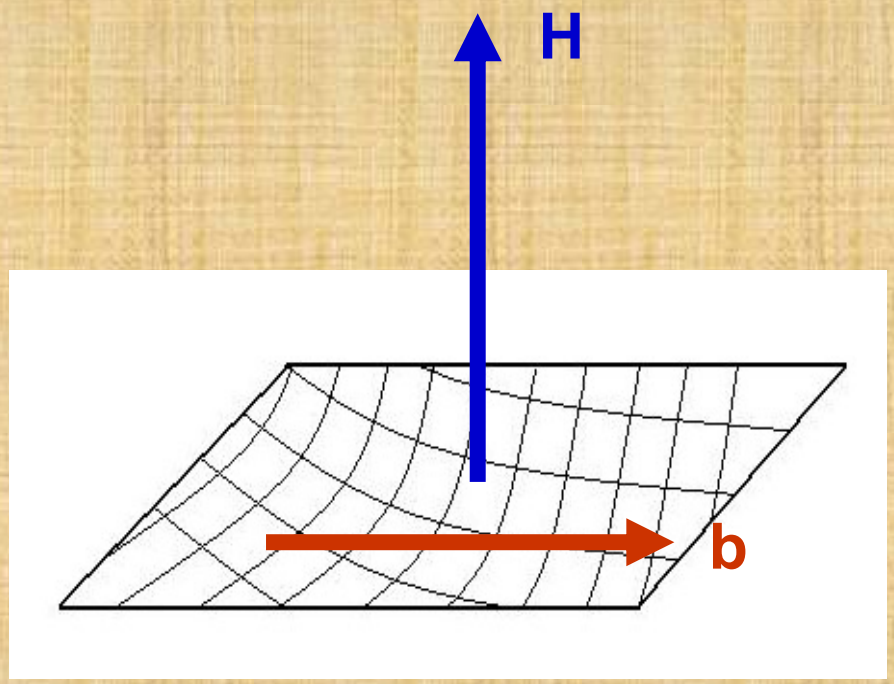
$$\cos\theta = \sqrt{1 - \frac{0.711^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.902$$

$$\Lambda = 0.711 \frac{0.902}{2.04 \cdot 10^{-6}} = 3.144 \cdot 10^5 \text{ Å} = 3.144 \cdot 10^{-5} \text{ м} = 31,44 \text{мкм}$$

$$n = \frac{t}{\Lambda} = \frac{450}{31.44} = 14.3$$

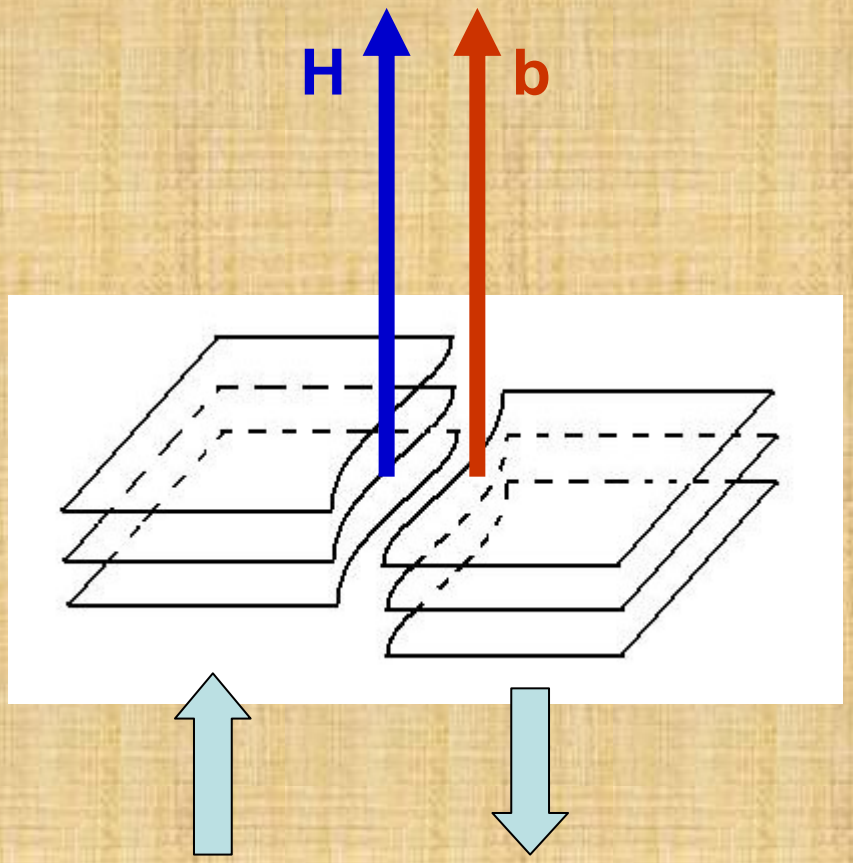
№11 На рентгеновской топограмме кристалла с входной поверхностью (111), полученной по методу Ланга, наблюдаются прямолинейные дислокации. Они лежат в плоскости $(\bar{1}11)$ вдоль направления $[0\bar{1}1]$. Изображение гаснет при отражении от системы плоскостей $(\bar{4}22)$. Определить тип этих дислокаций.

Общее правило рентгеновской топографии



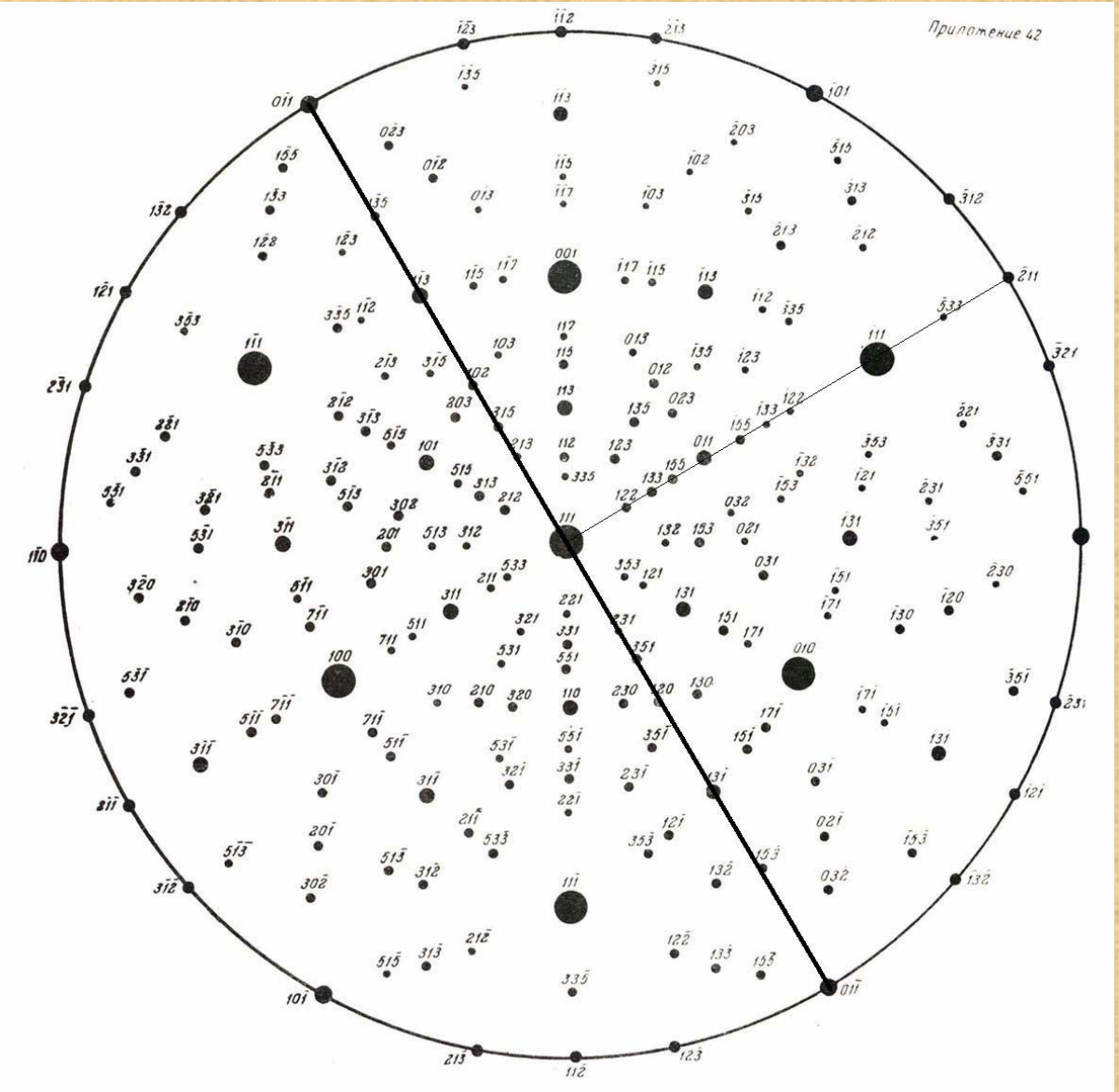
$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 0$$

Изображение дефекта погашено
(контраст минимальный или отсутствует)



$$(\mathbf{H},\mathbf{b}) = 1$$

Изображение дефекта наблюдается
(контраст максимальный)


Приложение 42

Погасание контраста происходит в случае если скалярное произведение вектора дифракции на вектор Бюргерса равно нулю т.е.

$$\left(\mathbf{gb}\right) = g_x b_x + g_y b_y + g_z b_z = 0$$

Подставляя в это соотношение координаты вектора дифракции

$$\mathbf{g} \rightarrow g_x = \overline{4}; g_y = 2; g_z = 2$$

можно определить возможные координаты вектора Бюргерса

$$\mathbf{b} \rightarrow b_x = 0; b_y = \overline{1}; b_z = 1$$

$$\left(\mathbf{gb}\right) = \left(-4\right)\cdot 0 + 2\left(-1\right) + 2\cdot 1 = 0$$

Следовательно, возможный тип дислокаций это винтовые дислокации.