ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ

Суворов Э.В.

СОДЕРЖАНИЕ

	Предисловие	4
Глава 1.	**Введение в физику дифракции**	7
1.1.	Введение	7
1.2	Основные положения кинематического приближения теории рассеяния	11
1.2.1.	Интерференционная функция Лауэ	11
1.2.2.	Обратная решетка. Геометрическая интерпретация условий дифракции	14
1.2.3.	Структурная амплитуда	16
1.3.	Рассеяние в неупорядоченных системах	18
1.3.1.	Рассеяние на случайных скоплениях атомов	18
1.3.2.	Атомный фактор рассеяния	20
1.3.3.	Влияние температуры	26
1.3.4.	Рассеяние на молекулах разреженного газа. Уравнение Дебая	29
1.3.5.	Радиальная функция межатомных расстояний	31
1.3.6.	Рассеяние системами с непрерывным распределением межатомных расстояний	33
1.4.	Основные положения динамического приближения теории рассеяния	36
1.4.1.	Волновое поле в идеальном кристалле	36
1.4.2.	Двухволновое приближение в совершенном кристалле	40
1.4.3.	Важнейшие следствия динамической теории рассеяния	44
1.4.4.	Волновое поле в кристалле с искажениями. Моделирование на ЭВМ дифракционного изображения дефектов	46
1.5	ПРИЛОЖЕНИЕ 1Спектр электромагнитных колебаний	47
	ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Выод интерференционной функции Лауэ	47
	ПРИЛОЖЕНИЕ 3 Индексы Миллера. Обратная решетка. Её свойства.	49
	ПРИЛОЖЕНИЕ 4 Уравнения Лауэ	52
	ПРИЛОЖЕНИЕ 5 Законы погасания для примитивной, гранецентрированной и объемоцентрированной решеток	53
	ПРИЛОЖЕНИЕ 6 Вывод системы дисперсионных уравнений для многовонового случая	54
1.6.	Литература	56
Глава 2.	**Интегральные методы исследования дефектов в кристаллах**	58
2.1.	Введение	58
2.2.	Некоторые результаты динамической теории рассеяния рентгеновских лучей для кристаллов со случайно распределенными дефектами	60
2.2.1.	Диффузное рассеяние на кристаллах с дефектами	60
2.2.2.	Интегральные характеристики динамического рассеяния рентгеновских лучей в кристаллах с дефектами	62
2.3.	Экспериментальные методы исследования дифракционных характеристик структурного совершенства кристаллов	67
2.4.	Примеры использования интегральных методов для изучения структурных дефектов в кристаллах	73
2.5.	Литература	74
Глава 3.	**Рентгеновская дифракционная микроскопия**	79
3.1	Введение	79
3.2.	Методы рентгеновской топографии	80
3.2.1.	Основные характеристики методов	80
3.2.2.	Классификация типов контраста	82
3.2.3.	Примеры применения топографических методов	86
3.3.	Рентгеновский дифракционный контраст дефектов	90
3.3.1.	Природа дифракционного изображения дислокаций	91

3.3.2.	Дифракционный контраст, формируемый в дальнем поле дислокаций	92
3.3.3.	Механизмы формирования изображения ближнего поля дислокаций	96
3.4.	Литература	103
Глава 4.	**Электронная микроскопия высокого разрешения**	108
4.1.	Введение	108
4.2.	Основные характеристики оптических систем	110
4.2.1.	Основы оптической микроскопии	110
4.2.2.	Типы контраста (амплитудный и фазовый контраст)	114
4.3.	Формирование изображения в оптической системе	117
4.3.1.	Микроскоп как дифракционный прибор. Подход Аббе	117
4.3.2.	Передаточная функция оптической системы	119
4.4.	Анализ аберраций в электронном микроскопе	121
4.4.1.	"Тонкий" фазовый объект в электронной микроскопии	121
4.4.2.	Анализ передаточной функции электронного микроскопа	122
4.4.3.	Метод оптического дифрактометра для экспериментального исследования передаточной функции	125
4.4.4.	Методы численного моделирования изображения высокого разрешения на ЭВМ	126
4.5.	Примеры использования методов электронной микроскопии высокого разрешения	129
4.6.	Литература	140
Глава 5.	**Основы растровой электронной микроскопии (РЭМ)**	145
5.1.	Введение	145
5.2.	Устройство и принцип работы РЭМ	147
5.2.1.	Формирование электронного зонда	148
5.2.2.	Детекторы сигналов в РЭМ	150
5.3.	Взаимодействие электронного пучка с веществом	153
5.3.1.	Основные механизмы потерь энергии электронов в веществе (упругие и неупругие потери)	1532
5.3.2.	Основные источники сигналов, используемых для формирования изображения в РЭМ	154
5.3.3.	Область взаимодействия электронов зонда с веществом мишени	161
5.4.	Формирование контраста в РЭМ	164
5.4.1.	Основные механизмы формирования изображения в РЭМ	164
5.4.2.	Методы обработки видеосигнала в РЭМ	166
5.5.	Рентгеновский микроанализ	168
5.5.1.	Методы регистрации рентгеновского спектра	168
5.5.2.	Основные поправки, вводимые в количественном анализе	172
5.6.	Примеры применения РЭМ	175
5.7.	Литература	182
6.	**Заключение**	185
7	**Приложения**	187
7.1	Некоторые важные соотношения векторного анализа	187
7.2	Формулы ЭЙЛЕРА	189
7.3	Важные соотношения ФУРЬЕ-АНАЛИЗА	189
7.4	Некоторые часто встречающиеся мировые константы	192
7.5	Стереографические проекции для кубической сингонии	193
7.6	Установочных брегговских углов для германия a=5,657Å	197
7.7	Установочных брегговских углов для кремния a=5,4306Å и соответствующие экстинкционные длины Λ	197
7.8	Углы между плоскостями кристалла кубической сингонии	198
8	**ЗАДАЧИ И УПРАЖНЕНИЯ ПО КУРСУ** (с решениями)	200
9	**Контрольные вопросы**	208

ПРЕДИСЛОВИЕ

Интенсивное развитие физики твердого тела, физики металлов, современного материаловедения в значительной степени связано с прогрессом в области совершенствования существующих и разработки новых методов исследования реальной структуры кристаллов и их свойств. 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, материалы с памятью формы, жидкие кристаллы, нанокристаллические материалы, аморфные сплавы и пр., нашедшие применение в целом ряде направлений новой техники. Изучение их структуры и свойств требует, как правило, привлечения комплекса самых современных физических методов исследования, взаимно дополняющих друг друга.

Под влиянием бурно развивающейся теории рассеяния рентгеновских лучей, нейтронов и электронов появилась целая гамма прямых методов исследования дефектов кристаллической решетки, обладающих чрезвычайно высокой чувствительностью к локальным деформациям и предельной разрешающей способностью на атомном уровне [1]. Это в первую очередь целое семейство методов рентгеновской дифракционной топографии, высокоразрешающая электронная микроскопия, разнообразные методы растровой электронной микроскопии. Появление методов, позволяющих непосредственно наблюдать тонкую структуру дефектов кристаллической решетки с атомным разрешением, определять их количественные характеристики, внесло неоценимый вклад в понимание определяющей роли дефектов в формировании физических свойств кристаллов [2]. Особое место в этом перечне занимает рентгеновский микроанализ, позволивший проводить количественный анализ атомного состава материала с предельно малым объемом вещества, составляющих нескольких сотен кубических ангстрем [3,4].

Аналогичные процессы происходили и в электронной микроскопии. Развитие дифракционной теории изображения и особенно прогресс в области производства новых поколений электронных микроскопов позволил в последние 10 лет довести разрешение лучших инструментов до величины около *1.2Å* и выйти на прямое разрешение атомной решетки. Экспериментальные исследования, в которых используются результаты непосредственного наблюдения структуры дефектов (дислокаций, межзеренных границ, двойников и пр.) на атомном уровне, перестали быть экзотикой [5-8].

В последние 15-20 лет особое распространение в физическом материаловедении получили методы, связанные с идеологией растровых электронных микроскопов. Эти приборы позволили исследовать не только топографию дефектов поверхности, но и распределение атомного состава с достаточно высокой чувствительностью и точностью. Так пространственное разрешение РЭМ составляет *20-100Å*, а чувствительность к атомному составу может достигать *1-2%* для широкого спектра составов и концентраций [9].

По перечисленным выше методам существует весьма обширная литература - это в первую очередь публикации оригинальных исследований в научной периодике, по каждому из названных выше методов имеется значительное число обзоров и монографий, однако начинающий исследователь, пожелавший применять эти методы в практической работе, обычно сталкивается с определенной трудностью - среди имеющейся литературы практически отсутствуют книги, способные в сравнительно небольшом объёме познакомить читателя с физическими основами этих методов, дать в руки исследователя некоторые основные принципы, лежащие в основе практически всех названных выше методов исследования.

Предлагаемая вниманию читателя работа, по мнению автора, может восполнить этот пробел и поможет экспериментаторам быстрее овладеть новыми методами. Большое внимание в книге отведено введению в физику дифракции, так как именно это явление лежит в основе большинства известных методов исследования дефектов кристаллической структуры. В данной работе рассматриваются лишь некоторые наиболее известные в настоящее время методы - такие как метод интегральных характеристик, рентгеновские топографические методы, электронная микроскопия высокого разрешения, растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Такое ограничение связано с одной стороны рамками книги, а с другой безусловно пристрастием автора.

Книга содержит пять глав и имеет следующую структуру. В первой главе приведены наиболее важные по мнению автора сведения по физике дифракции. Во второй главе рассмотрен метод интегральных характеристик, позволяющий по весьма простым дифракционным параметрам определять степень совершенства кристаллов. В третьей главе описаны основные методы рентгеновской дифракционной топографии, позволяющие исследовать топографию дефектов в объеме кристаллов без его разрушения. Четвертая глава посвящена описанию основ высокоразрешающей электронной микроскопии. И наконец пятая глава содержит материал по основам растровой электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа. Основное внимание в книге уделяется физическим принципам, на которых основан каждый из описываемых методов. В конце каждой главы приводится раздел, в котором рассмотрены некоторые выигрышные примеры использования данной методики для исследования реальной структуры кристаллов.

Автор надеется, что предлагаемая книга окажется полезным пособием для специалистов физиков-экспериментаторов, использующих в своей работе разнообразные методы исследования дефектов в кристаллах. Она может быть также полезна в качестве учебного пособия для стажеров-исследователей, аспирантов и инженеров, предполагающих использовать в своей работе новые методы исследования реальной структуры кристаллов.

Литература

1.Diffraction and Imaging Thecniques in Material Science,
Editors by S.Amelincks, R.Gevers, J.V.Landuyt
North-Holland Publicating Company, 1984

2.I.Watt
The principles and practice of electron microscopy,

Cambridhe University Press,1985

3.I.Rozgai
Trace Element Analysis in the SEM,
Electron Microscopy and Analisis, 26,31-33,1993

4.A.V.Hetherington, D.K.Skinner
Coordinated Analysis for Materials Problems,
Electron Microscopy and Analisis, 23,19-21,1993

5.H.Hashimoto
Development of high resolution electron microscopy in atomic level and its future, J.Electron Microsc.,28,s1-8,1979

6.R.G.Garcia
Atomic and Nanometre Scale Structures Generated by the STM,
Microscopy and Analisis,22,21-23,1993

7.J.M.Cowley
High Resolution Imaging and Diffraction Studies of Crystal Surfaces,
Surface Sci.,114,587-595,1982

8.A.Tonemura
Electron Holography,
Phys.Rev.Lett.,56,792-794,1986

9.Electron beam testing technology,
Editing by J.T.L.Thong,
Plenum Press, 1993

ГЛАВА 1

ВВЕДЕНИЕ В ФИЗИКУ ДИФРАКЦИИ

1.1. ВВЕДЕНИЕ

Большинство известных в настоящее время экспериментальных методов исследования структуры материалов основано на их взаимодействии с излучениями разной природы и последующим анализом картин рассеяния [1-5]. Условием для получения необходимых сведений о структуре вещества является достаточная величина разрешающей способности метода, которая, как известно, определяется длиной волны применяемого излучения. Поскольку межатомные расстояния в кристаллической решетке составляют величины порядка *1Å*, становится ясно, что необходимые длины волн должны быть меньше этой величины.

Как показывает практика, наиболее подходящими излучениями для целей исследования структуры вещества являются рентгеновское излучение, электроны и нейтроны.

Рентгеновское излучение с длиной волны *~0.1÷10Å* достаточно легко генерируется и регистрируется обычными способами (фотометод, нульмерные, одномерные или двухмерные детекторы), имеет слабое поглощение. Рассеяние рентгеновских квантов происходит на электронах вещества. Причем следует отметить, что их взаимодействие с электронным газом очень слабое.

Пучки электронов, ускоренные до энергии *E,* имеют длину волны

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}} = \frac{12,5}{\sqrt{U}}, \qquad (1.1)$$

где U - ускоряющее напряжение в *вольтах*. Таким образом ускоряющим напряжениям в несколько сотен *эв* соответствует длина волны де-Бройля порядка *1Å*. Электроны с такими энергиями сильно поглощаются веществом, поэтому для экспериментов приходится использовать либо очень тонкие *~0.1мкм* образцы, либо изучать тонкие приповерхностные слои. Рассеяние электронов происходит на электрических потенциалах, распределенных в пространстве между атомами, и энергия взаимодействия их существенно выше, чем для рентгеновских квантов. Для получения большей проникающей способности применяют ускоряющие напряжения *~1мэв* и выше, что серьезно усложняет экспериментальную технику. Для тяжелых частиц, таких как нейтроны, соответствующие длины волн получаются при значительно меньших энергиях. Так нейтроны с длиной волны *~1Å* имеют энергию *~0.08эв*, что соответствует температуре нейтронов около *600K*.

Взаимодействие нейтронов с атомами вещества существенно отличается по своей природе от взаимодействия с фотонами или заряженными частицами. Поэтому при облучении нейтронами дополнительно выявляются особенности атомного строения (положения легких атомов в решетке, магнитная структура

и др.). Следует отметить, что поглощение нейтронов в веществе очень мало, и это позволяет изучать массивные образцы.

Рассеянное веществом излучение необходимо тем или иным способом проанализировать и извлечь из параметров рассеяния структурные характеристики. В принципе возможно два пути: во-первых, можно сфокусировать, если это возможно, рассеянное излучение, получить "оптическое" изображение объекта и изучать по нему структуру; во-вторых, получить дифракционную картину и, применяя Фурье-анализ, извлечь всю возможную информацию о структуре исследуемого кристалла (симметрия дифракционной картины позволяет определить симметрию кристалла - его точечную и пространственную группу симметрии; измерения интенсивностей рефлексов дает возможность в конечном счете получить распределение электронной плотности; и, наконец, тонкая структура дифракционных пятен содержит информацию о реальной структуре кристалла, то есть о дефектах кристаллической решетки, их типе и количестве). Следует отметить, что и первый и второй пути не всегда могут дать однозначную информацию о структуре и связано это в первую очередь с тем, что двухмерное микроскопическое изображение или двухмерная дифракционная картина не позволяют восстановить без потерь все характеристики трехмерного объекта.

Рассмотрим взаимодействие плоской когерентной волны с атомами кристаллической решетки. Атомы решетки, а точнее электроны в атомах, попадая в поле действия падающей волны сами становятся источниками вторичных волн. Суммарное рассеянное излучение является результатом интерференции всех вторичных волн и существенным образом зависит от природы взаимодействия первичной волны с атомами объекта, а также от их расположения в пространстве. Методы описания процессов дифракции и многие дифракционные характеристики зависят от соотношения энергии рассеянного излучения и энергии падающего пучка. Если взаимодействие падающих квантов с веществом слабое, то энергия дифрагированного излучения мала по сравнению с энергией падающего излучения, в этом случае волновое поле после дифракции является, по существу, суперпозицией исходной и рассеянных волн. В квантовой механике такой случай получил название приближения однократного рассеяния или борновского приближения, а в теории дифракции - кинематического рассеяния. Большинство структурных задач достаточно хорошо описывается кинематическим приближением, так как объекты, с которыми приходится иметь дело, достаточно несовершенны и процессами многократного рассеяния можно пренебречь, однако в некоторых случаях (совершенный и достаточно протяженный кристалл, случай рассеяния электронов и др.) вероятность того, что вторичные волны продифрагируют на соседних атомах еще один и более раз становится заметной. В этом случае интенсивность дифрагированной волны становится соизмерима с волной падающей, и кинематическое приближение перестает работать - возникает необходимость учитывать эффекты многократного рассеяния.

Сказанное выше можно проиллюстрировать на следующих схемах. Падающая волна, проходя через кристалл, возбуждает атомы, лежащие на различной глубине, и вызывает появление дифрагированных волн, которые, в силу недостаточного совершенства кристалла (условие Брэгга для более глубоких слоев выполняется для этих волн недостаточно хорошо), проходят оставшуюся часть кристалла без взаимодействия (см.рис.1.1а). В случае высоко

совершенного кристалла вторичные волны будут дифрагировать снова, так как соседняя область кристалла также ориентирована под правильным углом для брегговского отражения.

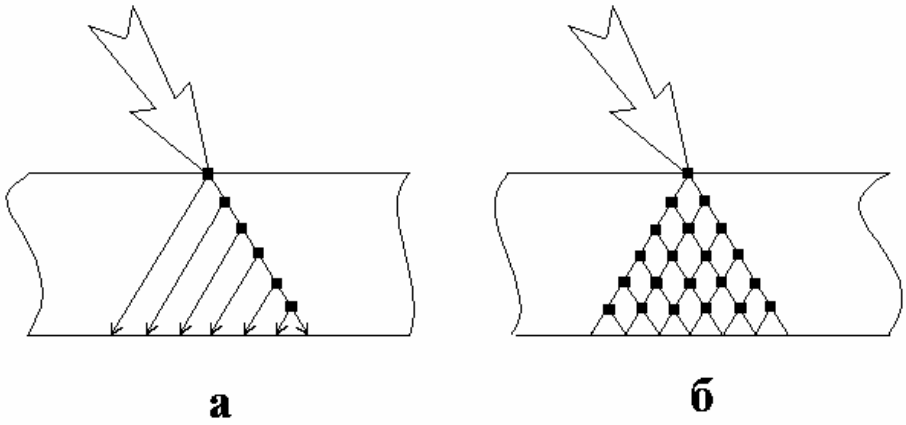


Рис.1.1 Схема, иллюстрирующая процесс формирования однократного -а), и многократного рассеяния -б).

В результате в кристалле за счет интерференции вторичных многократно дифрагированных волн формируется самосогласованное волновое поле (см.рис.1.1б). Структура и свойства этого поля коренным образом отличаются от дифрагированной волны в кинематическом случае. Для рентгеновских лучей коэффициент преломления отличается от единицы на величину порядка 10^{-6}. Поэтому на первый взгляд кажется, что учет многократного рассеяния будет столь же мал. Однако это не так. На совершенных кристаллах наблюдаются многочисленные тонкие но весьма заметные динамические эффекты такие, как "маятниковый" эффект, эффект "аномального прохождения", эффект "углового усиления" и др. Эти эффекты лежат в основе разнообразных методов исследования структурных характеристик кристаллов.

Для рассеяния электронов их взаимодействие с веществом значительно сильнее и поэтому при расчетах картин рассеяния электронов, электронно-микроскопических изображений и в целом ряде других случаев необходимо пользоваться динамическим приближением теории рассеяния.

1.2. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОГО ПРИБЛИЖЕНИЯ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

1.2.1. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННАЯ ФУНКЦИЯ ЛАУЭ

Когерентное рассеяние электромагнитных волн на электронах и других зарядах вещества с точки зрения классической электродинамики может быть описано как двойной процесс: под действием переменного электромагнитного поля падающей волны электроны приходят в колебательное движение; последнее в свою очередь вызывает вторичные электромагнитные волны, распространяющиеся во всех направлениях вокруг колеблющегося заряда. Можно строго доказать, что амплитуда волны, рассеянная одним электроном и наблюдаемая на расстоянии *R,* определяется выражением

$$E^e = \left(\frac{e^2}{mc^2}\right) \cdot \frac{E_0}{R} \qquad (1.2)$$

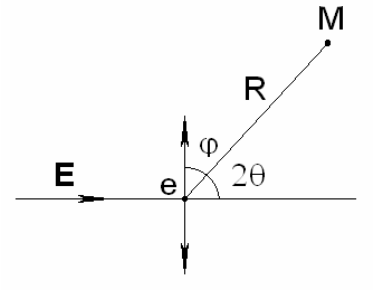
здесь и далее e - заряд электрона; m - масса электрона; c - скорость света в вакууме; E_0 - тангенциальная составляющая напряженности поля первичной волны.

Распределение электронной плотности в атоме имеет сложный характер и описывается законами квантовой механики. Поэтому при переходе от отдельного электрона к атому необходимо учитывать зависимость рассеяния от угла. Строгое решение этой задачи достаточно сложно. На практике обычно пользуются таблицами
$f(\sin\theta/\lambda)$ функции атомного рассеяния. Эта величина показывает во сколько раз амплитуда, рассеянная атомом в данном направлении и при данной длине волны, больше, чем амплитуда рассеяния электроном в том же направлении, и носит название атомной амплитуды.

Рассмотрим рассеяние рентгеновских лучей на пространственной решетке, состоящей из отдельных атомов. Для упрощения задачи будем считать, что падающая волна в кристалле распространяется со скоростью света в вакууме, т.е. показатель преломления мы полагаем равным единице [1-11]. Это означает, что можно пренебречь взаимодействием между рассеянной и падающей волнами. Амплитуды волн, рассеянных всеми эквивалентными атомами в заданном направлении, считаем одинаковыми, т.е. пренебрегаем эффектами поглощения и многократного рассеяния. Наконец, рассматривается только дифракция Фраунгофера: на кристалл падает плоская волна, а точка наблюдения практически бесконечно удалена от кристалла. Каждый узел решетки, попадая в поле падающей волны, становится источником вторичной сферической волны. Задача таким образом сводится к поиску результирующей волны в любой точке пространства, находящейся на расстоянии, много большем размеров кристалла [1-9].

Рассеяние рентгеновских лучей свободными электронами.

$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot \exp(i\omega t)$ $\quad m \cdot \dfrac{d^2x}{dt^2} = e\mathbf{E}$ $\quad m\ddot{x} = e\mathbf{E}$ $\quad \ddot{x} = e\mathbf{E}/m$ (1.27)



$$\left|\mathbf{E}^e\right| = \left|\mathbf{H}^e\right| = \ddot{x} \cdot \frac{e}{c^2 R} \cdot \sin\varphi \qquad (1.28)$$

$$I(\varphi) = \left|\mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^*\right| = I_0 \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{\sin^2\varphi}{R^2} \qquad (1.29)$$

I_0 - интенсивность первичного пучка; R - расстояние до точки наблюдения; e^2/mc^2 - классический радиус электрона; $\left(e^2/mc^2\right)^2$ - сечение рассеяния электрона (множитель Томпсона). В первом случае $\varphi=90^0$ $I_\perp = I_0 \cdot \left(\dfrac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \dfrac{1}{R^2}$,

$I_\perp = I_0 \cdot \left(\dfrac{e^2}{mc^2}\right)^2$ во втором - учитывая, что $\varphi = \dfrac{\pi}{2} - 2\theta$,

$I_\parallel = I_0 \cdot \left(\dfrac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \dfrac{\cos^2 2\theta}{R^2}$. Записывая среднее значение интесивности получаем

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

Таким образом интенсивность рассеянная одним свободным электроном в случае неполяризованного падающего излучения будет определяться соотношением

$$I_e = I_0 \cdot \frac{1}{R^2} \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2}\right) \qquad (1.30)$$

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

Полное рассеяние излучения на одном электроне составляет

$$P = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \int_S \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \cdot ds = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{8\pi}{3} \qquad (1.31)$$

Численное значение сечения рассеяния электрона составляет $\left(\dfrac{e^2}{mc^2}\right)^2 \approx 10^{-24}\,\text{см}^2$.

Следовательно, один электрон рассеивает ничтожную долю падающего излучения. Однако, как показывает следующий пример, число электронов, принимающих участие в рассеянии, достаточно велико. Если принять, что радиус атома составляет $\approx 1.5 \cdot 10^{-8}$ ñì , объем одного атома будет равен $V_a = \dfrac{4}{3}\pi r^3 = \dfrac{4 \cdot 3{,}14 \cdot 1{,}5^3 \cdot \left(10^{-8}\right)^3}{3} = 14{,}13 \cdot 10^{-24}\,см^3$, облучаемый объем около

$\approx 10^{-3}$ ñì ^{3}, число атомов в таком объеме будет $n = \frac{V_{\exp}}{V_a} = \frac{10^{-3}}{14{,}13 \cdot 10^{-24}} \approx 7 \cdot 10^{19}$, а число электронов в Z раз больше. Тогда доля рассеянной энергии в таком примере составит $\approx 4 \cdot 10^{-5} \cdot Z$, т.е. $10^{-5} \div 10^{-3}$ от полной энергии падающего пучка. Ясно, что не все излучение рассеивается по упругому механизму. Некоторая его часть рассеивается за счет неупругих процессов с изменением длины волны излучения, поэтому эта доля не будет принимать участия в интерференции и пока рассматриваться не будет. Для протонов $m_p = 1840 \cdot m_e$, поэтому доля рассеянной энергии будет существенно меньше.

Рассеяние рентгеновских лучей на идеальной кристаллической решетке

Рассмотрим рассеяние излучения на правильной решетке. Пусть на кристалл с элементарной ячейкой, определяемой трансляционными векторами $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ и содержащей N^3 одинаковых атомов (кристалл имеет форму параллелепипеда с ребрами, параллельными векторам $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$, и содержат по N атомов вдоль каждого ребра), падает плоская волна с волновым вектором $\boldsymbol{k}$ ($|\boldsymbol{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$) в направлении, определяемом единичным вектором $\mathbf{s}_0$

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i(\omega t - \varphi)} \qquad (1.3)$$

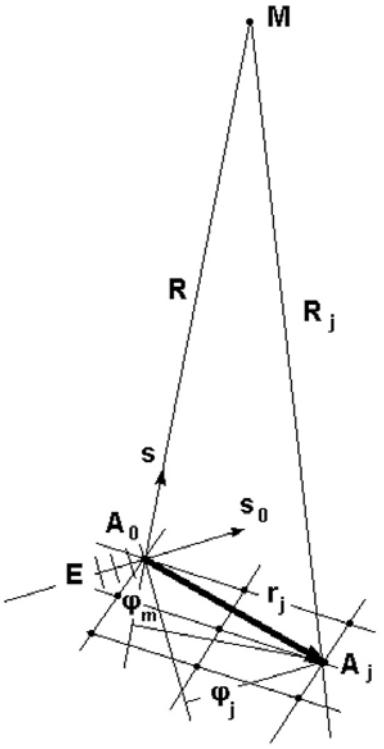


Рис.1.2.Схема, иллюстрирующая процесс рассеяния на кристаллической решетке. A_0, A_j - узлы решетки; $\mathbf{s}_0$, $\mathbf{s}$ - единичные вектора, определяющие направление падающей волны; R, R_j - расстояния от точки наблюдения M до соответствующих узлов; $\mathbf{r}_j$ - вектор решетки, соединяющий нулевой узел решетки с узлом j.

Выберем начало координат в одном из узлов решетки, например A_0. Легко показать, что плоская волна, распространяющаяся в кристалле, в узле A_j, находящемся на расстоянии $|\mathbf{r}_j|$ от начала координат, будет иметь фазу $\varphi_j = k(\mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j)$ и, следовательно, возмущение, создаваемое этой волной в точке A_j, можно записать в виде

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i\left[\omega t - k(\mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j)\right]}, \qquad (1.4)$$

здесь и далее $k = |\mathbf{k}|$. Вектор $\boldsymbol{r}_j$ можно выразить через параметры элементарной ячейки

$$\mathbf{r}_j = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p, \qquad (1.5)$$

где m,n,p - целые числа. Если точка наблюдения M (см.рис.1.2) находится на достаточно большом расстоянии R от начала координат, так что $R >> r_j$ (R много больше размеров кристалла), в направлении, определяемом единичным

вектором **s**, вторичная сферическая волна, излучаемая атомом, находящимся в узле A_j, будет в точке M иметь дополнительную фазу $\varphi_M = kR_j$ и следовательно амплитуда волны в точке М может быть записана как

$$\mathbf{E}_j = \frac{\mathbf{E}_0}{|\mathbf{R}_j|} \cdot e^{i\left[\omega t - k(\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j}) - k\mathbf{R_j}\right]} \tag{1.6}$$

Здесь R_j - расстояние от точки наблюдения до узла A_j. Полагая в знаменателе амплитуды $|\mathbf{R}_j| \approx |\mathbf{R}|$, следует в то же время более точно учесть фазовый член $k\mathbf{R_j}$ в экспоненте. С точностью до величин второго порядка малости, можно записать $\mathbf{R}_j = \mathbf{R} - (\mathbf{s}, \mathbf{r}_j)$. Учитывая сказанное, выражение для вторичной сферической волны, примет вид

$$\mathbf{E}_j = \frac{\mathbf{E}_0}{R_j} \cdot e^{i\left[\omega t - k(\mathbf{s_0}, \mathbf{r_j}) - (\mathbf{kR_j}) + k(\mathbf{s}, \mathbf{r_j})\right]} = \frac{\mathbf{E_0}}{R} \cdot e^{i(\omega t - \mathbf{kR})} \cdot e^{ik(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0, \mathbf{r}_j)} \tag{1.7}$$

Чтобы вычислить результирующую волну возмущения в точке *M,* образующуюся в результате рассеяния первичной плоской волны всеми атомами кристалла, необходимо просуммировать выражение для $\boldsymbol{E}_j$ по всем узлам кристаллической решетки, т.е.

$$\mathbf{E} = \frac{\mathbf{E}_0}{R} \cdot e^{i(\omega t - kR)} \cdot \sum_j e^{ik(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0, \mathbf{r_j})} \tag{1.8}$$

Подставляя значение вектора $\mathbf{r_j} = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$ и обозначая временной множитель $\mathbf{E}(t) = \frac{\mathbf{E}_0}{R} \cdot e^{i(\omega t - k\mathbf{R})}$, стоящий в начале формулы, получим

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}(t) \cdot \sum_{m=0}^{N} \sum_{n=0}^{N} \sum_{p=0}^{N} e^{ik\left[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), (\mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p)\right]} = \mathrm{E}(t) \cdot \mathrm{L}(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0), \tag{1.9}$$

$$\text{где } \mathrm{L}(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}) = \prod_{a,b,c}^{3} \sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{a}]} \tag{1.10}$$

Функция $\mathrm{L}(s - s_0)$ впервые была введена в теорию рассеяния М.Лауэ.

Выражения, стоящие под знаком суммы в выражении(1.10), представляют собой геометрические прогрессии, первый член которых равен *1*, а знаменатель имеет вид $q = e^{-ik[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{a}]}$. Введем следующие обозначения

$$\begin{aligned} \Psi_a &= \frac{k}{2} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0), \mathbf{a}\right] \\ \Psi_b &= \frac{k}{2} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0), \mathbf{b}\right] \\ \Psi_c &= \frac{k}{2} \cdot \left[(\mathbf{s} - \mathbf{s}_0), \mathbf{c}\right] \end{aligned} \tag{1.11}$$

Тогда для первой суммы можно записать

$$\sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}), \mathbf{a}]} = \frac{1 - \exp(2\mathrm{i}\mathrm{N}\Psi_a)}{1 - \exp(2\mathrm{i}\Psi_a)} \tag{1.12}$$

и аналогично для других сомножителей. Суммарную интенсивность рассеянного излучения в точке М легко получить, умножив выражение для амплитуды (1.9) на комплексно сопряженное, и затем используя формулы

Эйлера, после несложные тригонометрические преобразования получим окончательное выражение для интенсивности (см. приложении 1)

$$I = \left(\frac{\mathbf{E}}{R}\right)^2 \cdot \prod_{\mathrm{a,b,c}}^{3} \frac{\sin^2\left(\mathrm{N}\Psi_a\right)}{\sin^2\left(\Psi_a\right)} = \left(\frac{\mathbf{E}}{R}\right)^2 \cdot \mathrm{L}^2\left(\psi_a, \psi_b, \psi_c\right) \qquad (1.13)$$

Выражение стоящее под знаком произведения носит название интерференционной функции Лауэ. Анализ этой функции показывает, что она имеет максимумы в точках $\Psi_a = \pi h, \Psi_b = \pi k, \Psi_c = \pi l$, где h,k,l - целые числа. Эти максимумы носят название главных максимумов и имеют значения $I_{max} = \left(\frac{E}{R}\right)^2 \cdot \left(N^3\right)^2$. Наряду с главными максимумами, в точках $\Psi_1 = h \pm \frac{3}{2N}, h \pm \frac{5}{2N}$, и т.д. располагаются побочные максимумы, имеющие существенно меньшую амплитуду. Полуширина главных максимумов тем меньше, чем больше число атомов N в кристалле. На рис.1.3 приведен вид функции Лауэ, вычисленный для нескольких значений N. Запишем еще раз координаты главных максимумов

$$\begin{cases} \Psi_1 = \frac{\pi}{\lambda} \cdot \left[\left(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}\right), \mathbf{a}\right] = \pi h \\ \Psi_2 = \frac{\pi}{\lambda} \cdot \left[\left(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}\right), \mathbf{b}\right] = \pi k \\ \Psi_2 = \frac{\pi}{\lambda} \cdot \left[\left(\mathbf{s} - \mathbf{s_0}\right), \mathbf{b}\right] = \pi k \end{cases} \qquad (1.14)$$

Совершенно понятно, что это - условия дифракции на трехмерной решетке, которые носят название уравнений Лауэ. График одномерной интерференционной функции Лауэ (один из сомножителей в тройном произведении (1.13.) представлен на рис 1.3.

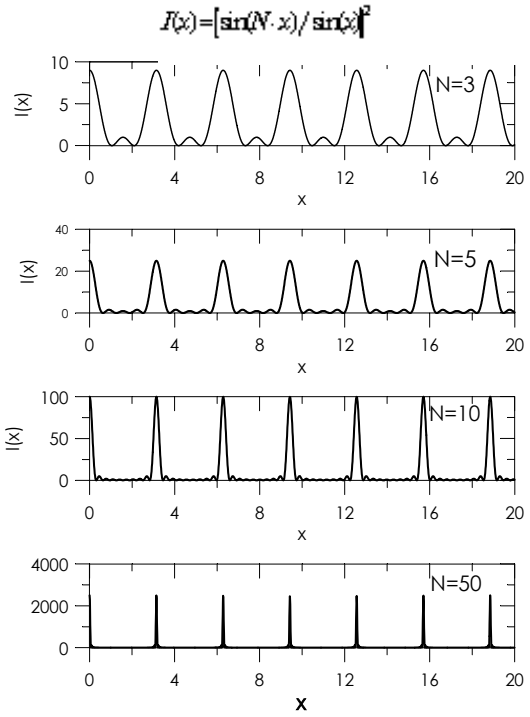


Рис.1.3.Вид интерференционной функции Лауэ, вычисленный для N=5; 10; 15; 20; 30; 50.

Из анализа функции ясно, что с увеличением числа рассеивающих центров растут амплитуды главных дифракционных пиков и уменьшается их ширина, т.е.добротность резонансной системы растет. С другой стороны амплитуды попбочны максимумов уменьшается, а их число растет. Таким образом для кристаллической решетки в единице объема которой имеется $\mathbf{N_A=6{,}0247\ 10^{23}\ моль^{-1}}$ атомов ширина пиков будет очень маленькая, а амплитуда будет равна $I_{max} = \left(\frac{E}{R}\right)^2 \cdot \left(N^3\right)^2$.

1.2.2. ОБРАТНАЯ РЕШЕТКА. ГЕОМЕТРИЧЕСКАЯ ИНТЕРПРЕТАЦИЯ УСЛОВИЙ ДИФРАКЦИИ

В дифракционных задачах физики твердого тела, оптики, структурного анализа, электронной микроскопии и др. чрезвычайно полезным является введение понятия обратной решетки и обратного пространства, сопряженных с прямой решеткой и прямым пространством. Если прямая решетка определяется векторами элементарной ячейки $\mathbf{a, b, c}$, и любой узел решетки может быть задан при помощи вектора трансляции $\mathbf{T} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}$, то вектора элементарной ячейки обратной решетки определяются соотношениями

$$\mathbf{a}^* = \frac{1}{V}[\mathbf{bc}],\ \mathbf{b}^* = \frac{1}{V}[\mathbf{ca}],\ \mathbf{c}^* = \frac{1}{V}[\mathbf{ab}], \qquad (1.15)$$

где V - объем элементарной ячейки $V = (\mathbf{a}[\mathbf{bc}]) = (\mathbf{b}[\mathbf{cd}]) = (\mathbf{c}[\mathbf{ab}])$, причем

$$(aa^*) = (bb^*) = (cc^*) = 1,$$

$$(ab^*) = (ac^*) = (ba^*) = (bc^*) = (ca^*) = (cb^*) = 0, \qquad (1.16)$$

а любой узел этой решетки задается вектором $\mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$, называемым вектором обратной решетки. Из определения следуют два важных свойства обратной решетки: во-первых вектор обратной решетки **H** перпендикулярен плоскостям прямой решетки с индексами *hkl*; во-вторых абсолютная величина вектора ***H*** равна обратной величине межплоскостного расстояния *d* для плоскостей с индексами *hkl*. Учитывая сказанное выше, условия дифракции (1.14) можно записать в очень простой и компактной форме (Более подробную информацию по свойствам обратной решетки можно прочитать в приложении 2)

$$\frac{\mathbf{s} - \mathbf{s_0}}{\lambda} = \mathbf{H}_{\mathbf{hkl}},\ \text{или}\ \mathbf{K} - \mathbf{K_0} = \mathbf{H}_{\mathbf{hkl}}, \qquad (1.17)$$

представляющей закон Вульфа-Брегга, т.е.

$$2 \cdot sin\theta = \mathbf{H}_{\mathbf{hkl}} \cdot \lambda,\ \text{или}\ 2 \cdot d_{hkl} \cdot sin\theta = \lambda \qquad (1.18)$$

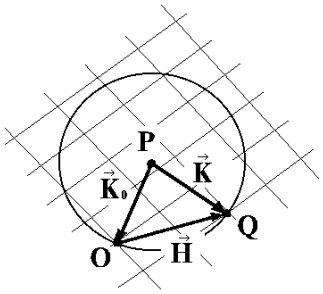


Рис.1.4.Схема геометрии Лауэ. Сфера отражения в обратном пространстве.

Введенное выше определение обратной решетки (1.15-1.16) позволяет использовать очень наглядное геометрическое представление условий дифракции, предложенное Эвальдом [4-9]. От нулевого узла обратной решетки *O* в направлении, обратном ***S,*** отложим отрезок, равный *1/λ,* и из полученной точки *P* опишем сферу радиусом *R=1/λ* (см.рис.1.4). Если какой-либо узел обратной решетки, например *Q* с координатами *h,k,l*, попадает на эту сферу, называемую сферой отражения (сферой распространения или сферой Эвальда), то, как видно из рисунка1.4, для треугольника *POQ* удовлетворяется векторное уравнение

$$\frac{\mathbf{s}}{\lambda} = \mathbf{H}_{\mathbf{hkl}} + \frac{\mathbf{s}_0}{\lambda}, \text{ или } \mathbf{K} = \mathbf{H}_{\mathbf{hkl}} + \mathbf{K}_0 \qquad (1.19)$$

Отрезок *OQ* здесь не что иное, как вектор обратной решетки **H**. Таким образом при повороте обратной решетки вокруг нулевого узла на сферу отражения попадают те или иные узлы обратной решетки, при этом выполняется условие дифракции Лауэ, и в направлении этих узлов возникают дифрагированные пучки. Из геометрического построения Лауэ следует, что в дифракции могут участвовать только те узлы обратной решетки, которые попадают внутрь сферы радиуса *2/λ*, проведенной вокруг нулевого узла и называемой сферой ограничения.

1.2.3. СТРУКТУРНАЯ АМПЛИТУДА

Проведенные выше рассуждения сделаны для случая примитивной кристаллической решетки, т.е. когда все рассеивающие центры одинаковы, причем рассеивающая способность узлов для простоты полагалась равной единице, поэтому для реального случая, когда в узлах располагаются атомы, полученное выражение для интенсивности необходимо умножить на атомный фактор рассеяния. В случае если решетка более сложная и имеет базис, состоящий из атомов разных сортов, приведенные выше рассуждения остаются справедливыми, следует только атомный фактор заменить на структурную амплитуду *F(hkl)*.

В рассмотренном выше случае рассеяния плоской монохроматической волны примитивной решеткой интерференционная картина состоит из ряда максимумов, интенсивность которых не зависит от индексов отражающей плоскости и пропорциональна числу рассеивающих центров. Расположение максимумов определяется только трансляционной группой симметрии, т.е. вектором $\mathbf{r}_\mathbf{j} = \mathbf{a}m + \mathbf{b}n + \mathbf{c}p$.

В решетке с базисом внутри каждой элементарной ячейки находятся дополнительные атомы, положения которых определяются векторами $\mathbf{r}_\mathbf{m} = \mathbf{a}u_m + \mathbf{b}v_m + \mathbf{c}w_m$, где *m* меняется от *1* до *M*; *u ,v ,w* -правильные дроби, определяющие координаты атомов базиса, причем при *j=1* $r_m=0$, что соответствует атомам примитивной решетки. Положение каждого атома в сложной решетке тогда можно записать в виде $\mathbf{r}_{\mathbf{mj}} = \mathbf{r}_\mathbf{m} + \mathbf{r}_\mathbf{j}$. Рассеивающая

способность атомов каждого сорта задается атомной функцией рассеяния f_m *(sin* θ/λ*).*

Таким образом любую сложную решетку можно представить, как состоящую из *M* одинаковых примитивных решеток, вставленных одна в другую и смещенных относительно исходной решетки на вектора $\mathbf{r_m}$. Каждая из этих решеток с точностью до постоянного множителя при рассеянии волны образует одну и ту же интерференционную функцию, и значит число и положение дифракционных максимумов будет одно и то же. Это означает, что в сложной решетке число максимумов не может быть больше, чем в примитивной. Наоборот, в ряде случаев число интерференционных максимумов в сложной решетке может уменьшаться, так как волны, рассеиваемые отдельными примитивными решетками в направлении главных максимумов, вообще говоря, не совпадают по фазе и поэтому могут частично или полностью ослаблять друг друга. Следовательно для определения суммарной амплитуды волны, рассеянной сложной решеткой, необходимо просуммировать амплитуды элементарных волн, рассеянных всеми атомами. Задачу можно упростить, если сначала суммирование провести по атомам, образующим отдельные примитивные решетки, а затем просуммировать все волны, рассеиваемые всеми примитивными решетками [4,7-9].

Суммирование по примитивным решеткам всякий раз приводит к одному и тому же результату: к одинаковой интерференционной функции, положение главных максимумов которой определяется уравнением $(\mathbf{s}-\mathbf{s_0})=\lambda\cdot\mathbf{H_{hkl}}$. Второе суммирование показывает, что в направлении главных максимумов распространяется *M* волн, разность хода которых определяется выражением $(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r}_m)$. Тогда второе суммирование даст

$$\mathrm{F}(hkl)=\sum_{m=1}^{M} f_m\cdot e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0,\mathbf{r}_m)}=\sum_{m=1}^{M} f_m\cdot e^{2\pi i(\mathbf{H},\mathbf{r}_m)}=\sum_{m=1}^{M} f_m\cdot e^{2\pi i(u_m h+v_m k+w_m l)} \quad (1.20)$$

В случае примитивной решетки (*j=1, r_m=0*) *F=1.* Написанное выражение носит название структурной амплитуды решетки. Интенсивность максимумов сложной решетки пропорциональна $\left|\mathrm{F}^2(hkl)\right|$ и называется структурным фактором решетки.

Таким образом в общем случае результирующая интенсивность, рассеянная сложной решеткой, будет иметь вид

$$I=\left(\frac{E_0}{R}\right)^2\cdot\mathrm{L}^2(\mathbf{H})\cdot\mathrm{F}^2(\mathbf{H},\mathbf{r_m}), \quad (1.21)$$

причем следует подчеркнуть, что положения интерференционных максимумов определяются интерференционной функцией Лауэ - $\mathrm{L}(\mathbf{H})$, а их амплитуда - структурным множителем - $\mathrm{F}(\mathbf{H},\mathbf{r}_m)$. Следовательно структурная амплитуда является своеобразным амплитудным фильтром, который накладываясь на интерференционную функцию Лауэ приводит к уменьшению или полному исчезновению интенсивности отдельных линий дифракционного спектра.

1.3. РАССЕЯНИЕ В НЕУПОРЯДОЧЕННЫХ СИСТЕМАХ

1.3.1. РАССЕЯНИЕ НА СЛУЧАЙНОМ СКОПЛЕНИИ РАССЕИВАЮЩИХ ЦЕНТРОВ

Выше были рассмотрены основные закономерности явлений дифракции (рентгеновских лучей, или других видов излучения) для случая регулярного расположения атомов в кристаллической решетке (положения атомов в решетке задаются трансляционным вектором $\mathbf{r_j} = \mathbf{a}h + \mathbf{b}k + \mathbf{c}l$), благодаря чему эти явления выражены особенно отчетливо в виде интерференционной функции Лауэ и закона Брегга. Естественно, что такая идеальная кристаллическая решетка, это крайний случай степени порядка. В реальном кристалле ситуация гораздо сложнее. Рассеивающие узлы (все или их часть) могут быть смещены из своего правильного положения в решетке и тогда в направлениях интерференционных максимумов нарушится точное сложение амплитуд волн и их интенсивность для такой искаженной решетки ослабнет. Однако суммарная рассеянная энергия не должна уменьшаться, и поэтому в каких-то других направлениях, не отвечающих условиям дифракции, интенсивность рассеяния может увеличиваться. Таким образом в результате нарушения правильного расположения рассеивающих центров происходит перераспределение интенсивности между дифракционными пиками и остальной частью обратного пространства. Иными словами, в случае рассеяния на реальном кристалле будет существовать заметное распределение диффузного рассеяния, в котором сосредоточена информация о нарушениях правильного расположения атомов в кристаллической решетке.

Наряду с кристаллическим состоянием в природе широко распространены газообразное, жидкое и аморфное состояния. Поэтому естественно возникает вопрос, возможно ли использовать рассеяние излучений для получения информации о строении неупорядоченных или слабо упорядоченных систем [1-13].

Для начала рассмотрим другой крайний случай, когда атомы или другие рассеивающие частицы располагаются в пространстве произвольно, а координаты их могут быть описаны лишь на языке функций распределения вероятностей (имеются в виду случайные скопления рассеивающих частиц). Пусть рассеивающий объем состоит из N атомов, положения которых заданы векторами $\mathbf{r_1}, \mathbf{r_2}, \ldots \mathbf{r_j}, \ldots \mathbf{r_N}$. Пусть также $f_1, f_2, \ldots f_j, \ldots f_N$ множители рассеяния, соответствующие различным сортам N атомов, $\mathbf{s_0}, \mathbf{s}$ единичные вектора, определяющие направления падающего и дифрагированного пучков. Тогда, как и в случае идеальных кристаллов, можно записать суммарную амплитуду рассеянного излучения в точке наблюдения M (см.рис.1.2) в виде

$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot \sum_{j=1}^{N} f_j \cdot e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r}_j)} \qquad (1.22)$$

Полученное выражение можно переписать, воспользовавшись понятием обратного пространства и заменив $\boldsymbol{k}(\boldsymbol{s}-\boldsymbol{s_0})=\boldsymbol{H}$, где $\boldsymbol{H}$-вектор обратного пространства, тогда рассеянная амплитуда примет вид

$$\mathbf{E}=\mathbf{E_0}\cdot\sum_{j=1}^{N} f_j\cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_j)} \tag{1.23}$$

Суммирование производится по всем атомам рассеивающего объема. Чтобы получить выражение для интенсивности, необходимо умножить рассеянную амплитуду на комплексно сопряженную. Для того, чтобы учесть все члены суммы, следует умножать слагаемые с отличными индексами, т.е.

$$I(\mathbf{H})=\mathbf{E}\cdot\mathbf{E}^*=\sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'}\cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j})}\cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_{j'}})}=E_0^{\,2}\cdot\sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'}\cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})}=$$

$$=E_0^{\,2}\cdot\sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'}\cdot e^{\mathbf{i}(\mathbf{H},\mathbf{r_{jj'}})}, \tag{1.24}$$

здесь $\mathbf{r_{jj'}}=\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}}$. В некоторых случаях может быть полезным другое выражение для интенсивности, которое может быть получено, если выделить в отдельный член все слагаемые с одинаковыми индексами, т.е.

$$I(\mathbf{H})=E_0^{\,2}\cdot\left[\sum_{j=j'} f_j^{\,2}+\sum_{j\neq j'}\sum f_j f_{j'}\cdot e^{\mathbf{i}(\mathbf{H},\mathbf{r_{jj'}})}\right] \tag{1.25}$$

Таким образом чтобы вычислить рассеянную интенсивность, необходимо знать координаты всех рассеивающих частиц в любой момент времени. Эта информация для таких сложных систем как газы, жидкости или аморфные материалы получена быть не может, так как рассеивающие атомы в этих системах находятся в непрерывном движении. Поэтому имеется единственная возможность, используя функции распределения атомов в пространстве определить лишь среднюю величину интенсивности. Усреднять придется фазовый множитель, стоящий под знаком суммы. Если известно распределение вероятности $W(\mathbf{r_{jj'}})$ значений вектора $\mathbf{r_{jj'}}$, среднее значение величины экспоненты в (1.25) будет определяться выражением

$$\overline{e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_{jj'}})}}=\int_V e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_{jj'}})}\cdot W(\mathbf{r_{jj'}})d\mathbf{r_{jj'}} \tag{1.26}$$

Интегрирование необходимо проводить по всему объему, где размещаются рассеивающие частицы.

1.3.2. АТОМНЫЙ ФАКТОР РАССЕЯНИЯ

Рассеяние рентгеновских лучей свободными электронами. Рассмотрим вначале поведение свободного электрона в поле плоской падающей

волны. Взаимодействуя с этой волной, свободный электрон начнет колебаться с частотой падающей волны, что можно записать в виде (1.27)

$$m \cdot \frac{d^2 x}{dt^2} = e\mathbf{E} \tag{1.27}$$

Направление колебаний электрона будет совпадать с направлением электрического вектора ***E*** падающей волны. Из электродинамики известно, что такой электрон сам становится источником электромагнитной волны с амплитудой, равной

$$\left|\mathbf{E}^{\mathrm{e}}\right| = \left|\mathbf{H}^{\mathrm{e}}\right| = \frac{e}{c^2 R} \cdot \frac{d^2 x}{dt^2} \cdot \sin\varphi \tag{1.28}$$

Здесь m - масса электрона; e - заряд электрона; c - скорость света в вакууме; φ - угол между направлением колебаний электрона и направлением к точке наблюдения, определяемой вектором ***R***. Тогда интенсивность, рассеянная этим электроном в точке наблюдения, будет равна

$$I(\varphi) = \left|\mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^*\right| = I_0 \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{\sin^2\varphi}{R^2} \tag{1.29}$$

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).

В случае, когда падающая волна не поляризована её можно разложить на две плоско поляризованные компоненты $I_{\parallel}$ (падающий и рассеянный лучи лежат в плоскости колебаний электрического вектора E) и $I_{\perp}$ (падающий и рассеянные лучи лежат в плоскости перпендикулярной к направлению колебаний электрического вектора **E)**. В первом случае $\varphi=90^0$ и следовательно $I_{\perp} = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{1}{R^2}$, во втором - учитывая, что $\varphi = \frac{\pi}{2} - 2\theta$, интенсивность рассеянного излучения описывается зависимостью $I_{\parallel} = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{\cos^2 2\theta}{R^2}$.

Следовательно суммарная неполяризованная интенсивность должна иметь вид

$$I = \frac{I_{\parallel} + I_{\perp}}{2} = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{1}{R^2} \cdot \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \tag{1.30}$$

Множитель $\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2}$ получил название поляризационного множителя. Таким образом интенсивность, рассеянная одним электроном, зависит от направления, в котором производится наблюдение. В направлении падающего пучка и в

обратном направлении интенсивность максимальна, а в перпендикулярном - минимальна. Полный поток энергии, рассеиваемый по всем направлениям одним электроном, получается в результате интегрирования полученного выражения по всем направлениям, т.е.

$$P = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \int_S \frac{1+\cos^2 2\theta}{2} \cdot ds = I_0 \cdot \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \cdot \frac{8\pi}{3} \qquad (1.31)$$

Подставив численные значения в выражение для сечения рассеяния электрона, получим $\left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \approx 10^{-24}$ ñì ^{2}. Следовательно, один электрон рассеивает ничтожную долю падающего излучения. Однако, как показывает следующий пример, число электронов, принимающих участие в рассеянии, достаточно велико. Если принять, что радиус атома составляет $\approx 1.5 \cdot 10^{-8}$ ñì , а облучаемый объем около $\approx 10^{-3}$ ñì ^{3}, число атомов в таком объеме будет $\approx 4 \cdot 10^{19}$, а число электронов в Z раз больше. Тогда доля рассеянной энергии в таком примере составит $\approx 4 \cdot 10^{-5} \cdot Z$, т.е. $10^{-5} \div 10^{-3}$ от полной энергии падающего пучка. Ясно, что не все излучение рассеивается по упругому механизму. Некоторая его часть рассеивается за счет неупругих процессов с изменением длины волны излучения, поэтому эта доля не будет принимать участия в интерференции и пока рассматриваться не будет.

Рассеяние рентгеновских лучей на электронах в атомах. Атомный фактор рассеяния или амплитуда атомного рассеяния это - функция, зависящая от угла рассеяния и определяемая отношением суммарной амплитуды, рассеянной всеми электронами одного атома, к амплитуде волны, рассеянной одним электроном, т.е.

$$|\mathbf{E}| = |\mathbf{E}^{\mathrm{e}}| \cdot f(\theta) \qquad (1.32)$$

Так как размеры атома соизмеримы с длиной волны рентгеновского излучения, между волнами, рассеянными на отдельных электронах атома, возникает разность фаз, которую необходимо учитывать при подсчете суммарной амплитуды. Электроны в атомах связаны и имеют собственные частоты колебаний. Поэтому для упрощения будем предполагать, что частота падающей волны существенно больше частот собственных колебаний, другими словами, энергия связи электронов в атоме мала. Из квантовой механики известно, что электроны в атомах движутся по определенным орбитам, и, следовательно, излучать вторичные волны будут движущиеся электроны. Для упрощения расчетов будем считать, что период обращения электронов по своим орбитам существенно больше периода колебаний падающей волны, и эффектом Доплера в данном случае можно пренебречь.

Рассмотрим рассеяние на электронах одного атома. Выберем начало полярной системы координат в центре атома, как показано на рис.1.5, и будем считать, что электроны распределены непрерывно с плотностью $\rho(\mathbf{r})$ внутри сферы, ограничивающей атом.

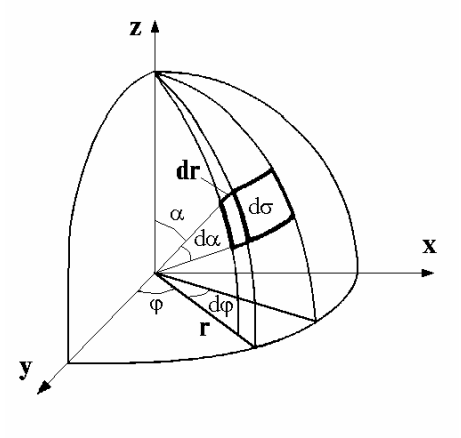


Рис.1.5.Схема полярной системы координат для расчета амплитуды волны, рассеянной электронами атома.

Пусть единичные векторы $\mathbf{s_0}$ и $\mathbf{s}$ определяют направления падающей и рассеянной волн. Тогда разность фаз для волн, рассеянных на электронах, расположенных в точках $\mathbf{r}$ и в начале координат, будет $\Delta\varphi = k(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r})$. Выделим элемент объема $dv = rd\varphi \cdot r\sin\alpha \cdot d\alpha \cdot dr$ на расстоянии r от начала координат. Амплитуда волны, рассеянная этим элементом объема, будет определяться соотношением

$$d\mathbf{E} = \mathbf{E}^{\mathbf{e}} \cdot \rho(\mathbf{r})dv \cdot e^{ik(\mathbf{s}-\mathbf{s_0},\mathbf{r})} = \mathbf{E}^{\mathbf{e}} \cdot \rho(\mathbf{r})dv \cdot e^{ik(\mathbf{S},\mathbf{r})} \qquad (1.33)$$

Обозначим через 2θ угол рассеяния, тогда модуль разности векторов в выражении для фазы можно записать в виде $k|\mathbf{s}-\mathbf{s_0}| = 2k \cdot \sin\theta = 4\pi \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda} = \mathrm{S}$, а дополнительная разность фаз примет вид $\Delta\varphi = k \cdot 2\sin\theta \cdot r\cos\alpha = S \cdot r \cdot \cos\alpha$. Суммарная рассеянная амплитуда может быть получена в результате интегрирования амплитуды, рассеянной элементарным объемом по всему объему атома, т.е.

$$|\mathbf{E}| = |\mathbf{E}^e| \cdot \int_v \rho(\mathbf{r}) \cdot e^{iSr\cos\alpha} dv = |\mathbf{E}^e| \cdot \int_\varphi d\varphi \int_r \rho(\mathbf{r})^2 dr \int_\alpha e^{iSr\cos\alpha} \sin\alpha \cdot d\alpha \qquad (1.34)$$

Интегрируя полученное выражение по α и φ, получим

$$|E| = |E^e| \cdot \int_0^\infty 4\pi r^2 \rho(r) \cdot \frac{\sin(Sr)}{Sr} \cdot dr \qquad (1.35)$$

Величина написанного интеграла носит название атомного фактора рассеяния [1-9]. При $S=0$ множитель под интегралом становится равен единице, $\frac{\sin(Sr)}{Sr} = 1$, а атомный фактор рассеяния при этом будет равен числу электронов Z в атоме. С ростом $S = 4\pi \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda}$ функция $f(\sin\theta/\lambda)$ монотонно убывает, как показано на рис.1.6.

Можно показать, что наибольший вклад в амплитуду рассеяния вносят электроны глубоких уровней электронной оболочки атома. Анализ показывает, что с ростом расстояния электронов от ядра их роль в рассеянии сильно убывает. Валентные электроны дают заметный вклад в амплитуду рассеяния только при очень малых углах рассеяния. Интенсивность, рассеянная атомом, имеющем точечный размер вообще не должна зависеть от угла рассеяния и будет равна числу электронов в атоме. Если атом имеет конечные размеры, а электроны распределены в его объеме по определенному закону, рассеянная интенсивность будет убывать с ростом величины $sin\theta/\lambda$, причем, чем больше диаметр атома, тем круче будет спадать интенсивность.

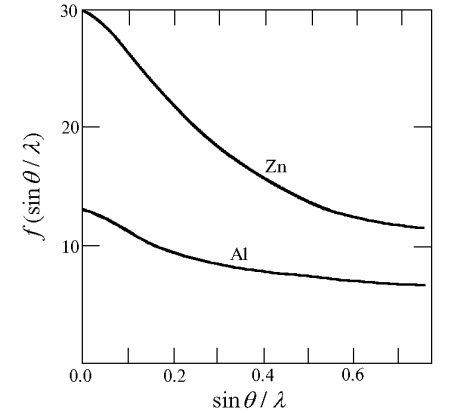


Рис.1.6.Вид зависимости атомной функции рассеяния от $\sin\theta/\lambda$ для нейтральных атомов Zn и Al. (Z_{Zn}=30; Z_{Al}=13).

Оценки, сделанные выше, выполнены при условии, что электроны в атоме практически свободны и уравнение движениея 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 ридвижении 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

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^{\mathbf{e}} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_0{}^2 - ik\omega}, \qquad (1.36)$$

здесь $\boldsymbol{E}^e$ - амплитуда рассеяния для свободного электрона, ω_0 - собственная частота связанного электрона, k - коэффициент затухания, определяемый силой связи электрона в атоме. Если в атоме содержится n связанных электронов, необходимо просуммировать амплитуды рассеяния для всех n электронов.

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^e \cdot \sum_n \frac{\omega^2}{\omega^2 - \omega_{0n}{}^2 - ik\omega}$$

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, а вторая - дополнительное поглощение вблизи собственных частот колебаний электронов в атоме. Дисперсионные поправки зависят от длины волны и практически не зависят от $\sin\theta/\lambda$. А так как f_0 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 [25-27]. Наиболее точные значения этих величин даны в интернациональных таблицах [27].

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

$$f_e(\sin\theta / \lambda) = \frac{Z - f_x(\sin\theta / \lambda)}{\pi(\sin\theta / \lambda)^2} \tag{1.37}$$

Анализ написанного выражения показывает, что при болших углах рассеяния, где f_x мало, $f_e \to Z$ и уменьшается обратно пропорционально $(\sin\theta/\lambda)^2$. В электронографии и электронной микроскопии обычно используется величина, кратная амплитуде атомного рассеяния и входящая в первое Борновское приближение теории рассеяния электронов, а именно

$$f_{fb}(\sin\theta / \lambda) = \frac{2\pi me}{h^2} \cdot f_e(\sin\theta / \lambda) \tag{1.38}$$

Именно эта величина приводится обычно в справочниках [37-39]. Амплитуда электронного рассеяния, как видно из приведенных выше формул, на два-три порядка выше амплитуды рассеяния рентгеновских лучей и более слабо зависит от атомного номера *Z*. На рис.1.7 для примера показаны амплитуды рассеяния рентгеновских лучей и электронов для случая атома водорода.

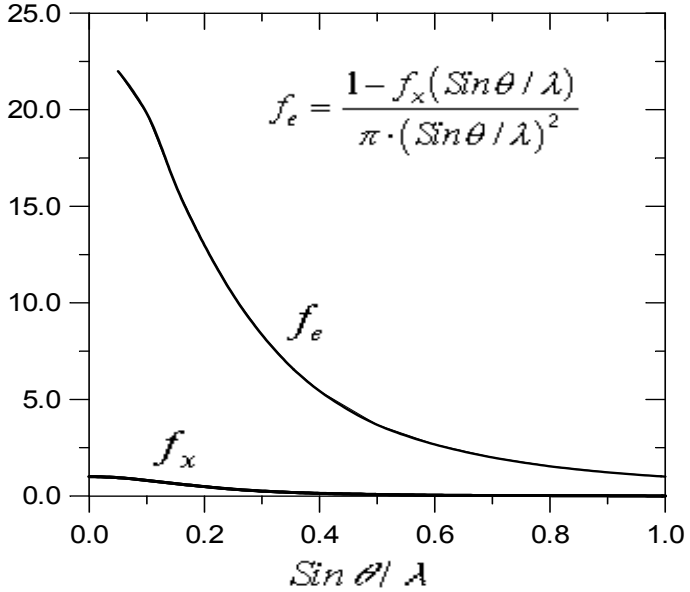


Рис.1.7. Вид функций атомного рассеяния атома водорода для рентгеновских лучей и электронов, рассчитанный в первом Борновском приближении.

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 $10^{-6} \div 10^{-7}$ *ñì* . Для сравнения в рентгенографии при оптимальных условиях регистрируется слой около $10^{-2} \div 10^{-4}$ *ñì* .

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.

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 10^3 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 [35].

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

$$b = b_n + b_m. \tag{1.39}$$

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*). 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.

1.3.3. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА АМПЛИТУДУ РАССЕЯНИЯ

Тепловые колебания атомов должны существенно влиять на интенсивность излучения, рассеянного веществом, поскольку колеблющиеся атомы решетки как бы размазываются в пространстве, приобретая большие пространственные размеры. Если средние смещения атомов из положений равновесия во всех направлениях одинаковы, электронное облако сохраняет сферическую симметрию, а рассеянная амплитуда будет более круто спадать с ростом $\sin\theta/\lambda$, по сравнению с покоящимся атомом.

Предположим для простоты, что каждый атом колеблется независимо от соседних атомов и изотропно (приближение Дебая). Если атом в положении равновесия имеет координату $\boldsymbol{r}_j$, а мгновенное значение смещения этого атома $\boldsymbol{u}_j$, тогда мгновенное значение рассеянной амплитуды будет определяться соотношением

$$\mathbf{E} = \mathbf{E_0} \cdot e^{i\omega t} \sum_j f_j \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}+\mathbf{u_j})} \tag{1.40}$$

Для определения мгновенного значения рассеянной интенсивности необходимо полученное значение амплитуды умножить на величину комплексно-сопряженную

$$I = \left|\mathbf{E}\cdot\mathbf{E}^*\right| = \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{u_j})} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_{j'}}-\mathbf{u_{j'}})} =$$

$$= \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}})} \quad (1.41)$$

Среднее значение рассеянной интенсивности получится путем усреднения по времени мгновенного значения интенсивности. Фактически от времени зависит только сомножитель, содержащий мгновенные значения смещений атомов из положения равновесия. Первый экспоненциальный сомножитель соответствует фазовому множителю для идеальной решетки. Следует иметь в виду, что частоты тепловых колебаний атомов в кристаллической решетке существенно меньше частот колебаний падающей волны, и, следовательно, при каждом акте рассеяния атом можно считать неподвижным. С другой стороны, время наблюдения велико по сравнению с периодом колебаний атомов, поэтому усреднение следует проводить по всем возможным значениям $\boldsymbol{u}_j$.

Введем обозначение $\left(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right) = p_{jj'}$, тогда для среднего значения множителя, содержащего смещения атомов, получим

$$\overline{e^{-ip}} = 1 - i\overline{p} - \frac{\overline{p^2}}{2!} + \frac{\overline{ip^3}}{3!} + \ldots = 1 - \frac{\overline{p^2}}{2} + \frac{\overline{p^4}}{24} - \ldots \approx 1 - \frac{\overline{p^2}}{2} \quad (1.42)$$

Среднее значение членов, содержащих нечетные степени *p,* равно нулю, так как положительные и отрицательные значения разности смещений равновероятны. Ввиду малости величины смещений с хорошим приближением можно записать $\overline{e^{-ip_{jj'}}} \approx 1 - \frac{\overline{p_{jj'}^{\,2}}}{2} \approx e^{-\frac{1}{2}\overline{p^2_{jj'}}}$. Вспоминая, что

$$p_{jj'} = \left(\mathbf{H},\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right) = k\cdot\sin\theta\cdot\left|\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right|_{\mathbf{H}} = \frac{4\pi\cdot\sin\theta}{\lambda}\cdot\left|\mathbf{u_j}-\mathbf{u_{j'}}\right|_{\mathbf{H}}, \quad (1.43)$$

и, что квадрат среднего значения смещений можно представить как

$$\overline{\left(u_{js}-u_{j's}\right)^2} = \overline{u^2_{js}} + \overline{u^2_{j's}} - 2\overline{u_{js}u_{j's}}, \quad (1.44)$$

а также имея в виду предположение, сделанное выше, что колебания различных узлов решетки независимы друг от друга и обладают одной и той же энергией, т.е. $\overline{u_{js}^{\,2}} = \overline{u_{j's}^{\,2}} = \overline{u_s^{\,2}}; \overline{u_{js}u_{j's}} = 0$, для среднего значения рассеянной интенсивности можно записать

$$\overline{I} = \left(\frac{\boldsymbol{E_0}}{\boldsymbol{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\boldsymbol{H},\boldsymbol{r_j}-\boldsymbol{r_{j'}})} \cdot e^{-\frac{1}{2}\overline{p^2_{jj'}}} =$$

$$= \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \sum_j \sum_{j'} f_j f_{j'} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})} \cdot e^{-\frac{1}{2}\left[\frac{4\pi \sin\theta}{\lambda}\right]^2 \cdot 2\overline{u_s^2}} \qquad (1.45)$$

Обозначив выражение, стоящее в показателе степени и содержащее среднее значение квадрата смещений, через $M = 8\pi^2 \cdot \left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2 \cdot \overline{u_s^2}$, преобразуем сумму, исключив из нее члены с одинаковыми индексами. Число таких членов равно числу атомов *N* в решетке. Экспоненциальные множители для этих слагаемых равны *1*. Поэтому выражение для усредненной интенсивности можно упростить и оно примет вид

$$\overline{I} = \left(\frac{\mathbf{E_0}}{\mathbf{R}}\right)^2 \cdot \left[N + e^{-2M} \cdot \sum_{j \neq j'} \sum f_j f_{j'} \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r_j}-\mathbf{r_{j'}})}\right] \qquad (1.46)$$

Если обозначить через I' интенсивность, рассеиваемую решеткой с неподвижными атомами, тогда двойная сумма может быть записана как $I' - \left(\frac{E_0}{R}\right)^2 \cdot N$. Таким образом, окончательное выражение для рассеянной интенсивности примет вид

$$\overline{I} = \left(\frac{E_o}{R}\right)^2 \cdot N\left(1 - e^{-2M}\right) + I' \cdot e^{-2M} \qquad (1.47)$$

Этот результат был получен Дебаем и Валлером еще в 1935 году при очень простых предположениях о природе колебаний решетки. Анализ полученного выражения показывает, что интенсивность всех интерференционных максимумов в результате колебаний атомов в решетке будет уменьшена в e^{-2M}, при этом форма и положения максимумов сохраняются (последнее слагаемое в (1.47)). Этот множитель получил в литературе название температурного фактора или множителя Дебая-Валлера [1,4-10]. Таким образом влияние тепловых колебаний решетки на дифракционные спектры рассеяния фактически сводиться к уменьшению рассеивающей способности узлов решетки в e^{-2M} раз.

Первый член в рассматриваемой формуле описывает широкий слабый максимум общего рассеяния в области средних углов. Более строгий учет влияния тепловых колебаний решетки дает для интерференционных максимумов такой же результат. Однако, член, описывающий общее рассеяние, существенно меняется - появляются слабые размытые максимумы в области основных интерференционных максимумов (диффузное рассеяние).

Предположения о независимости колебаний узлов решетки, лежащие в основе проведенного рассуждения, на самом деле справедливы лишь в первом приближении. Атомы в решетке связаны между собой силами связи, и колебания каждого узла будут влиять на колебания соседей. Поэтому выражение для $\overline{p_{jj'}^2}$ будет сложным образом связано со спектром колебаний

решетки. Однако для большего числа задач структурного анализа приведенное приближение оказывается достаточным и весьма полезным для понимания основных механизмов влияния тепловых колебаний на спектры рассеяния.

1.3.4. РАССЕЯНИЕ НА МОЛЕКУЛАХ РАЗРЕЖЕННОГО ГАЗА. УРАВНЕНИЕ ДЕБАЯ

Рассмотрим газ, содержащий N одинаковых молекул, каждая из которых состоит из n атомов различного сорта. 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.

Согласно проведенным выше рассуждениям мгновенная интенсивность, рассеянная одной молекулой, может быть записана в виде

$$I(\mathbf{H}) = \sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'} \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})}, \tag{1.48}$$

причем суммирование проводится по всем атомам молекулы. Для получения среднего значения $I(\mathbf{H})$ по всем возможным ориентациям этой молекулы рассмотрим два атома с индексами j и j'. Введем полярные пространственные координаты r, α, φ, как показано на рис.1.5, причем атом j пусть располагается в начале координат. Тогда вероятность того, что атом с индексом j', или, что тоже самое, конец вектора $\mathbf{r}$, попадет на элемент поверхности $d\sigma$, будет

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = \frac{\mathbf{r}_{jj'} \cdot \sin\alpha \cdot d\alpha \cdot \mathbf{r}_{jj'} \cdot d\varphi}{4\pi \mathbf{r}_{jj'}^{2}}, \tag{1.49}$$

Среднее значение интенсивности тогда можно записать

$$\overline{I(\mathbf{H})} = \sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'} \cdot \int_{\alpha}^{2\pi}\int_{\varphi}^{2\pi} e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} \cdot \frac{\sin\alpha \cdot d\alpha \cdot d\varphi}{4\pi} \tag{1.50}$$

Выполнив интегрирование по α и φ, получим

$$\overline{I(\mathbf{H})} = \sum_{j=1}^{N}\sum_{j'=1}^{N} f_j f_{j'} \cdot \frac{\sin(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})}{(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} \tag{1.51}$$

Это выражение получило название уравнения Дебая по имени автора. Оно описывает распределение интенсивности, рассеянной невзаимодействующими молекулами газа. Полученное уравнение было применено Дебаем для мелкокристаллического порошка, каждая частичка которого является маленьким кристаллом [1,4-13]. Ясно, что проведенные выше рассуждения в этом случае так же останутся в силе.

Рассмотрим несколько примеров. Применим полученное выражение для расчета интенсивности рассеяния в газе, состоящем из одно- двух- трех- и

четырех атомных молекул. На рис.1.8 показаны соответствующие распределения интенсивности и формулы, по которым построены графики.

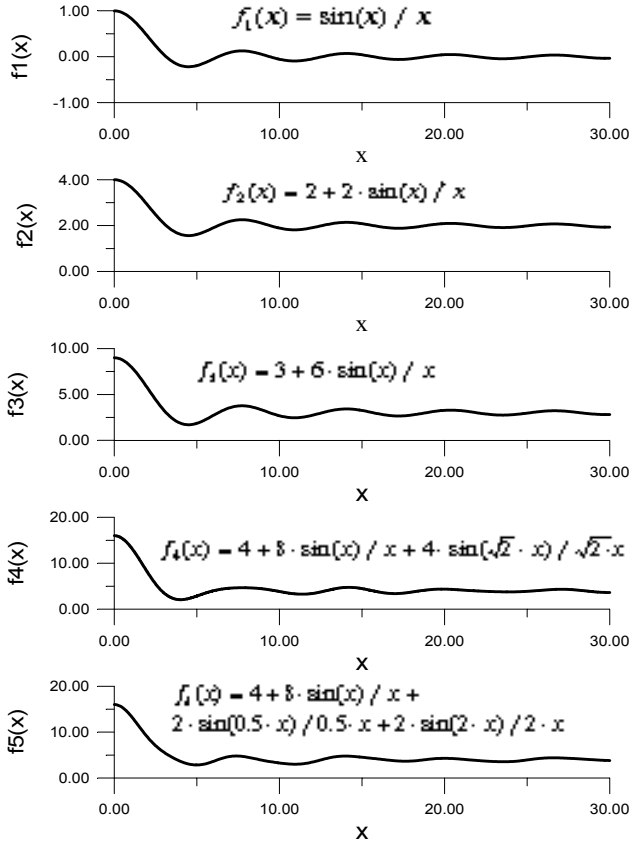


Рис.1.8.Примеры расчета по формуле Дебая усредненной интенсивности рассеяния для случаев разреженных газов. а)-одноатомные молекулы; б)-двухатомные молекулы; в)-трехатомные молекулы (равносторонний треугольник; г)-четырехатомные молекулы (атомы расположены в вершинах квадрата); д)-четырехатомные молекулы (атомы расположены в вершинах ромба)

1.3.5. РАДИАЛЬНАЯ ФУНКЦИЯ МЕЖАТОМНЫХ РАССТОЯНИЙ

Для количественного описания структуры газов, жидкостей и аморфных систем обычно используется радиальная функция межатомных расстояний. Предположим, что система состоит из N одноатомных молекул $j_1, j_2, \ldots j_N$ и занимает объем V. Выберем в этой системе два элемента объема dV_j и $dV_{j'}$, определяемые векторами $\boldsymbol{r}_j$ и $\boldsymbol{r}_{j'}$, как это показано на рис.1.9.

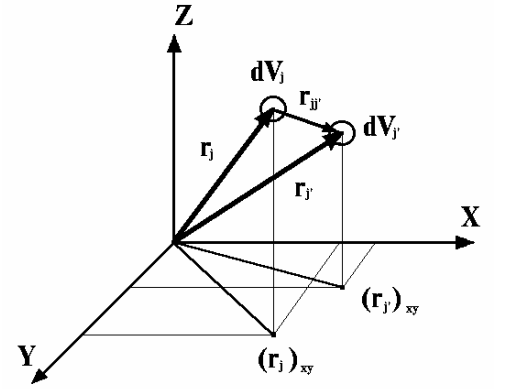


Рис.1.9.Система координат и обозначения, выбранные для описания расположения частиц в пространстве.

Если предположить на первом этапе, что молекулы не взаимодействуют между собой и распределены в объеме V случайно, тогда вероятность события, когда молекула j находится в элементе объема dV_j, а молекула j' в то же самое время находится в элементе объема $dV_{j'}$, может быть записана в виде $dP(\mathbf{r_j}, \mathbf{r_{j'}}) = \frac{dV_j}{V} \cdot \frac{dV_{j'}}{V}$. В реальных системах частицы взаимодействуют между собой и, следовательно, их взаимное расположение не может быть случайным. В общем случае вероятность того, что частица j находится в точке $\boldsymbol{r}_j$, зависит от того, какие места в объеме V занимают другие частицы. Эта вероятностная связь между взаимным расположением молекул определяется некоторой корреляционной функцией координат выбранных частиц $W(\mathbf{r_j}, \mathbf{r_{j'}}) = W(\mathbf{r_{jj'}})$. Тогда выражение для вероятности dP, записанное выше, примет вид $dP(\mathbf{r_{jj'}}) = W(\mathbf{r_{jj'}}) \cdot \frac{dV_j \cdot dV_{j'}}{V^2}$. Если рассматриваемая среда однородна и изотропна, корреляционная функция зависит только от величины расстояния между частицами, т.е.

$$W(\mathbf{r_j}, \mathbf{r_{j'}}) = W(|\mathbf{r_j} - \mathbf{r_{j'}}|) = W(\mathbf{r}) \tag{1.52}$$

В этом случае выражение для вероятности можно несколько конкретизировать, если предположить, что молекула с индексом j находится в начале полярной системы координат. Тогда вероятность обнаружить молекулу j' на расстоянии $\mathbf{r}$ в сферическом слое толщиной $d\mathbf{r}$ будет

$$dP(\mathbf{r}) = W(\mathbf{r}) \cdot \frac{4\pi r^2 dr}{V} \tag{1.53}$$

Естественно, что вероятность обнаружить частицу с индексом j' в объеме V будет $\int_V dP(\mathbf{r}) = 1$, интегрирование ведется по всему объему V, т.е.

$$\frac{1}{V} \cdot \int_V W(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr = 1. \tag{1.54}$$

Введем теперь функцию распределения радиальной плотности $\rho(r)$. Предположим, что в сферическом слое толщиной dr находится dN частиц, тогда число частиц в единице объема, т.е. плотность, будет равно $\rho(\mathbf{r}) = \frac{dN}{4\pi r^2 dr}$ или $dN = \rho(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr$. Если просуммировать эту величину по всему объему V, должно получиться N частиц, т.е. $\int_V dN = \int_r \rho(\mathbf{r}) \cdot 4\pi r^2 dr$. Сопоставление выражений для нормировки корреляционной функции $W(\mathbf{r})$ и радиальной плотности $\rho(\mathbf{r})$ позволяет установить связь между ними $W(\mathbf{r}) = \frac{V}{N} \cdot \rho(\mathbf{r})$. Это

означает, что корреляционная функция представляет собой относительную вероятность обнаружить молекулу на расстоянии *r* от начала координат.

Представляет интерес выяснить, какой вид имеют функции *W*(r) для простейших случаев. Предположим, что рассматриваемая система состоит из невзаимодействующих частиц, имеющих нулевой объем. Это означает, что функция *W(r)=1* для любых значений расстояния *r* (см. рис.1.10а). Если система состоит из сферических несжимаемых частиц с радиусом *r*, причем взаимодействие между ними по-прежнему отсутствует, частицы не могут приблизиться к началу координат ближе, чем на расстояние *2r* и, следовательно, функция *W(r)*, будет, как и в предыдущем случае, равна единице, кроме интервала *0÷2r* (см. рис.1.10б). При условии сжимаемости частиц граница в области *2r* размоется, как показано на рис.1.10в.

При учете взаимодействия между частицами системы какие-то расстояния от начала координат будут более вероятны, а какие-то менее вероятны, и функция *W(r)* будет осциллировать вблизи единицы, довольно быстро затухая с увеличением расстояния. Эти флуктуации отражают характер упорядоченности на близких расстояниях от атома, выбранного в качестве начала координат (ближний порядок), который имеется в расположении атомов в веществе. Такое поведение радиальной функции межатомных расстояний *W(r)* демонстрируется на рис.1.10г. Для кристаллического состояния, когда атомы располагаются в строго определенных позициях кристаллической решетки, функция межатомных расстояний будет иметь явно выраженный дискретный характер (см. рис.1.10д), причем тепловые колебания решетки будут приводить к гауссовому размытию этих пиков.

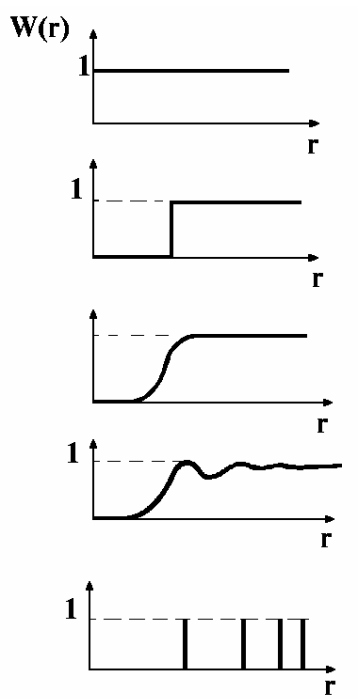


Рис.1.10.Схематический вид радиальной функции W(r) для разреженных газов -а), -б) -в); для жидкостей -г); для кристаллов -д).

1.3.6. РАССЕЯНИЕ СИСТЕМОЙ С НЕПРЕРЫВНЫМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ МЕЖАТОМНЫХ РАССТОЯНИЙ

Рассмотрим систему из N частиц $j_1, j_2, \ldots j_N$ с радиальной функцией распределения $W(\mathbf{r}_{jj'})$. Причем для упрощения выкладок будем полагать, что все частицы в этой системе одного сорта. Мгновенное значение рассеянной интенсивности для такой системы, как было показано выше, можно записать

$$I(\mathbf{H}) = f^2 \cdot \left(N + \sum_{j \neq j'} \sum e^{i(\mathbf{H}, \mathbf{r}_{jj'})} \right) \tag{1.55}$$

Усредненное значение интенсивности по всем возможным расстояниям $\mathbf{r}_{jj'}$ будет определяться выражением

$$\overline{I(\mathbf{H})} = \int_{V_j} \int_{V_{j'}} W(\mathbf{r}_{jj'}) \cdot I(\mathbf{H}) \cdot \frac{dV_j dV_{j'}}{V^2} \tag{1.56}$$

После подстановки мгновенного значения интенсивности в эту формулу, учета того факта, что в результате усреднения суммирование можно заменить умножением среднего значения на количество слагаемых $N(N-1) \approx N^2$ и замены $W(\mathbf{r}_{jj'}) = \left[W(\mathbf{r}_{jj'}) - 1\right] + 1$, получим в результате выражение, состоящее из трех слагаемых

$$\overline{I(\mathbf{H})} = f^2 \cdot \left[N + N^2 \int_{V_j} \int_{V_{j'}} e^{i(\mathbf{H}, \mathbf{r}_{jj'})} \cdot \left(W(\mathbf{r}_{jj'}) - 1\right) \cdot \frac{dV_j dV_{j'}}{V^2} + N^2 \cdot \int_{V_j} \int_{V_{j'}} e^{i(\mathbf{H}, \mathbf{r}_{jj'})} \cdot \frac{dV_j dV_{j'}}{V^2} \right] \tag{1.57}$$

Обозначим через X_1 значение интеграла во втором слагаемом, а через X_2 значение интеграла в третьем слагаемом, тогда среднее значение рассеянной интенсивности будет

$$\overline{I(\mathbf{H})} = f^2 \cdot \left(N + N^2 X_1 + N^2 X_2 \right) \tag{1.58}$$

Это уравнение есть не что иное, как более общая форма уравнения Дебая, частный случай которого рассмотрен выше [1-10]. Так как функция радиального распределения $W(\mathbf{r}_{jj'})$ сферически симметрична, можно положить, что рассеивающий центр с индексом j располагается в начале координат и в центре сферы радиуса L, так что $V = L^3$, а суммарный объем всех рассеивающих центров R_0. Тогда первый интеграл X_1 можно упростить, вводя сферические координаты r,α,φ и проводя интегрирование по $dV_{j'}$

$$X_1 = \int_{V_{j'}} \frac{dV_{j'}}{V} \cdot \int_{V_j} \left(W(\mathbf{r}) - 1\right) \cdot \frac{dV_j}{V} = \frac{1}{V} \cdot \int_0^{R_0} 4\pi r^2 \left(W(\mathbf{r}) - 1\right) \cdot \frac{\sin(\mathbf{H}, \mathbf{r})}{(\mathbf{H}, \mathbf{r})} dr \tag{1.59}$$

Интегрирование во втором слагаемом при этих же предположениях можно провести по частям, подинтегральное выражение распадается на два независимых множителя

$$X_2 = \int_{V_j}\int_{V_{j'}} e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r}_{jj'})} \cdot \frac{dV_j dV_{j'}}{V^2} = \frac{4\pi L^3}{3V}\left\{\frac{3\left[\sin(\mathbf{HL}) - HL\cos(\mathbf{HL})\right]}{(\mathbf{HL})}\right\}^2 = \frac{4\pi L^3}{3V}\cdot\Phi(\mathbf{HL})$$

,

(1.60)

где $\Phi(\mathbf{HL}) = \left\{\frac{3\left[\sin(\mathbf{HL}) - (\mathbf{HL})\cos(\mathbf{HL})\right]}{(\mathbf{HL})^3}\right\}^2$ (1.61)

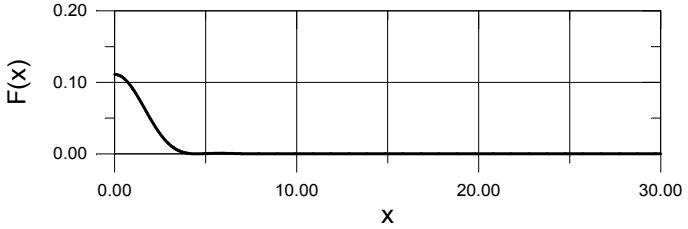


Рис.1.11.Характер зависимости $\Phi(HL)$, определяющей общий вид третьего слагаемого в формуле усредненной интенсивности в зависимости от угла дифракции.

Первый член суммы в уравнении Дебая для усредненной интенсивности Nf^2 - это так называемый лауэвский фон, т.е. та часть когерентной интенсивности, которую дало бы рассеяние на полностью беспорядочном скоплении частиц. Второй член N^2X_1 содержит радиальную функцию распределения и, следовательно, описывает межмолекулярную дифракцию на этой системе частиц.

Третий член N^2X_2 очень быстро убывает с ростом **H** и описывает малоугловое рассеяние, характеризующее форму рассеивающих частиц. На рис.1.11 показан общий характер этой зависимости. Видно, что функция $\Phi(\mathbf{HL})$ убывает гораздо быстрее, чем множитель *sin(x)/x,* непосредственно входящий во второе слагаемое формулы Дебая.

1.4. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОГО ПРИБЛИЖЕНИЯ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

1.4.1. ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ В СОВЕРШЕННОМ КРИСТАЛЛЕ

В общем случае, когда взаимодействием падающей и рассеянных волн пренебречь нельзя, то есть когда скорость распространения поля в среде отличается от скорости в вакууме, распространение электромагнитной волны в среде должно в общем случае описывается системой уравнений Максвелла [1,2,4,5,11]

$$\begin{cases} rot\mathbf{E} = -\dfrac{1}{c}\cdot\dfrac{\partial\mathbf{H}}{\partial t} & div\mathbf{E} = 4\pi\rho \\ rot\mathbf{H} = \dfrac{1}{c}\cdot\left(\dfrac{\partial\mathbf{E}}{\partial t} + 4\pi\mathbf{J}\right) & div\mathbf{H} = 0 \end{cases} \tag{1.62}$$

Константы среды здесь учитываются через вектор поляризации **P(r,**t**),** который связан с вектором электрической индукции **D(r,**t**)** соотношением $\mathbf{D} = \mathbf{E} + 4\pi\mathbf{P}$; c - фазовая скорость поля; диэлектрическая проницаемость ε связана с поляризуемостью среды, коэффициентом преломления и скоростью поля - $\varepsilon = \dfrac{1}{c^2} = 1 + \chi = n^2$; n - коэффициент преломления; $\chi(\mathbf{r}) = -\dfrac{R\lambda^2}{\pi}\rho(\mathbf{r})$ - поляризуемость среды, $R = \dfrac{e^2}{mc^2}$ - радиус электрона, $\rho(\mathbf{r})$ - распределение электронной плотности в веществе.

Для того что бы получить более привычный вид уравнений для волнового поля в среде, уравнения Максвелла необходимо несколько преобразовать. Для этого подставим значение вектора ***E,*** выраженное через вектор электрической индукции, в первое уравнение Максвелла, тогда оно примет вид

$$rot(\mathbf{D} - 4\pi\mathbf{P}) = -\frac{1}{c}\cdot\frac{\partial\mathbf{H}}{\partial t} \tag{1.63}$$

Воспользовавшись соответствующими теоремами векторного анализа, можно записать

$$rot(rot\mathbf{D}) = \nabla(div\mathbf{D}) - \Delta\mathbf{D} \tag{1.64}$$

Учитывая отсутствие свободных зарядов в среде т.е. $div\mathbf{D}=0$ получим

$$\Delta\mathbf{D} - \frac{1}{c}\cdot\frac{\partial(rot\mathbf{H})}{\partial t} = -4\pi\cdot rot(rot\mathbf{P}) \tag{1.65}$$

$$rot\mathbf{H} = \frac{1}{c}\cdot\left(\frac{\partial\mathbf{E}}{\partial t} + 4\pi\cdot\frac{\partial\mathbf{P}}{\partial t}\right) = \frac{1}{c}\cdot\frac{\partial\mathbf{D}}{\partial t} \tag{1.66}$$

$$\Delta\mathbf{D} - \frac{1}{c^2}\cdot\frac{\partial^2\mathbf{D}}{\partial t^2} + 4\pi\cdot rot(rot\mathbf{P}) = 0 \tag{1.67}$$

Так как ε мало отличается от единицы, можно написать $\chi = \varepsilon - 1 \approx 1 - \frac{1}{\varepsilon}$, тогда из $\mathbf{D} = \mathbf{E} + 4\pi\mathbf{P}$ следует, что $4\pi\mathbf{P} \approx \chi\mathbf{D}$ и, следовательно, в окончательном виде уравнение (1.67), описывающее волновое поле в среде с поляризуемостью $\chi(r)$, примет вид неоднородного волнового уравнения

$$\Delta\mathbf{D} - \frac{1}{c^2}\cdot\frac{\partial^2\mathbf{D}}{\partial t^2} + rot\left(rot\chi\mathbf{D}\right) = 0 \qquad (1.68)$$

Волновое уравнение $\Delta\mathbf{D}(\mathbf{r},t) - \frac{1}{c^2}\cdot\frac{\partial^2}{\partial t^2}\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = 0$ является частным случаем только что написанного уравнения (1.68) и описывает свободные колебания электромагнитного поля в среде с поляризуемостью среды $\chi(\mathbf{r})$. Здесь Δ - оператор Лапласа.

После несложных преобразований и учитывая известные векторные равенства для плоской волны типа $U(r,t) = A\cdot e^{i[\omega t-(K,r)]}$

$$\Delta\mathbf{U}(\mathbf{r},t) = -\left|\mathbf{K}\right|^2\cdot\mathbf{U}(\mathbf{r},t);\ \frac{\partial^2\mathbf{U}(\mathbf{r},t)}{\partial t^2} = -\omega^2\cdot\mathbf{U}(\mathbf{r},t), \qquad (1.69)$$

написанное выше уравнение можно записать в более удобном для дальнейших рассуждений виде

$$rot\left(rot\chi\mathbf{D}\right) - 2\left|\mathbf{K}\right|^2\cdot\mathbf{D} = 0 \qquad (1.70)$$

Известно два подхода при решении полученного уравнения. Первый - состоит в непосредственном решении уравнения (1.69 или 1.70) и был впервые проведен Эвальдом и Лауэ. Этот путь очень нагляден и позволяет легко понять физическую картину явлений. Второй - сводится к преобразованию уравнения (1.70) в систему дифференциальных уравнений первого порядка в частных производных. Такой подход был впервые реализован С.Такаги [27,28] и затем Д.Тапеном [32,33]. Система уравнений полученная С.Такаги легко может быть обобщена на случай деформированного кристалла. Вначале мы рассмотрим как эта задача была представлена М.Лауэ.

Волновое уравнение

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

Система дисперсионных уравнений

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

Уравнение Такаги-Топена

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

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

Волновое уравнение (1.70) имеет бесчисленное множество частных решений $\mathbf{D}_1(\mathbf{r},t), \mathbf{D}_2(\mathbf{r},t), \ldots \mathbf{D}_n(\mathbf{r},t)$, например в виде плоских волн $\mathbf{D}_j(\mathbf{r},t) = \mathbf{D}_0 \cdot e^{i(\omega t - \mathbf{kr})}$. Здесь вектор **k** перпендикулярен фронту волны, а его величина $|\mathbf{k}| = \frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda}$ определяет волновой вектор в вакууме. В случае распространения волны в среде необходимо учесть отличие коэффициента преломления от единицы. Тогда уравнение волны следует записать $\mathbf{D}_j(\mathbf{r},t) = \mathbf{D}_0 \cdot e^{i(\omega t - \mathbf{Kr})}$, где $|\mathbf{K}| = \sqrt{1+\chi} \cdot \frac{\omega}{c}$, или $|\mathbf{K}| = n \cdot |\mathbf{k}|$. Общее решение представляется суперпозицией частных решений и может быть записано в виде

$$\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \sum_j A_j \mathbf{D}_j(\mathbf{r},t) \tag{1.71}$$

Амплитуды волн A_j не зависят от времени, но могут меняться в пространстве, т.е. зависеть от координат. Дело в том, что электроны колеблются под действием распространяющейся волны, и испускаемые ими электромагнитные волны интерферируют между собой и с исходной волной. Устанавливается некоторое стационарное поле, характер которого будет определяться функцией распределения электронной плотности $\rho(\mathbf{r})$ в кристаллической решетке. Поэтому, если мы имеем дело с кристаллической решеткой, распределение электронной плотности можно разложить в ряд Фурье по векторам обратной решетки

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V} \cdot \sum_{hkl} F(hkl) \cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} \tag{1.72}$$

Подставляя это выражение в соотношение для поляризуемости среды, получаем

$$\chi(\mathbf{r}) = -\frac{R\lambda^2}{\pi V} \cdot \sum_{hkl} F(hkl) \cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} = \sum_{hkl} \left\{ -\frac{R\lambda^2}{\pi V} \cdot F(hkl) \right\} \cdot e^{-i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} \tag{1.73}$$

Выражение в фигурных скобках есть не что иное, как Фурье компонента разложения поляризуемости среды по векторам обратной решетки, и, следовательно, предыдущее выражение можно записать в виде

$$\chi(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{-(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})}, \tag{1.74}$$

где $\chi_{hkl} = -\frac{R\lambda^2}{\pi V} \cdot F(hkl)$ Полученное выражение для коэффициентов поляризуемости показывает, что $\chi_{hkl} = \chi_{\boldsymbol{H}}$ может иметь действительную и мнимую части, т.е. $\chi_{\boldsymbol{H}} = \chi_{\boldsymbol{H}r} + i\chi_{\boldsymbol{H}i}$, что соответствует учету поглощения в среде, причем в общем случае для структур, не имеющих центра симметрии, $\chi_{\boldsymbol{H}} \neq \chi_{\overline{\boldsymbol{H}}}$. Численное значение действительной части χ составляет величину порядка 10^{-6}.

Как уже отмечалось выше, решение волнового уравнения можно представить в виде волны, $\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \mathbf{A}(\mathbf{r}) \cdot e^{i[\omega t - (\mathbf{K},\mathbf{r})]}$, где амплитуда $\boldsymbol{A}(\mathbf{r})$ должна иметь периодичность кристаллической решетки и может быть записана в виде ряда Фурье по векторам обратной решетки

$$\mathbf{A}(\mathbf{r}) = \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{-i(\mathbf{H},\mathbf{r})} \tag{1.75}$$

Индекс суммирования *m* определяет здесь узел в обратной решетке с индексами *hkl*. Тогда решение волнового уравнения может быть записано в виде пакета плоских волн, или, блоховской волны, с амплитудой, имеющей периодичность решетки.

$$\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K}_0+\mathbf{H},\mathbf{r})]} = \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K}_m,\mathbf{r})]} = e^{i\omega t} \cdot \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i(\mathbf{K}_m,\mathbf{r})}, \quad (1.76)$$

где $\mathbf{K}_m = \mathbf{K}_0 + \mathbf{H}$.

Не сложные, но достаточно громоздкие преобразвания, приводят в конечном счете к уравнению связывающему волновые вектора распространяющихся в кристалле волн с их амплитудами (см. приложение 4).

$$\frac{\mathbf{K}_n^{\,2} - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_n^{\,2}} \cdot \mathbf{D}_n = \sum_m \chi_{n-m} \cdot (\mathbf{D}_m)_n \qquad (1.83)$$

Здесь $(\mathbf{D}_m)_n$ - проекция вектора $\mathbf{D}_m$ на направление, перпендикулярное вектору $\mathbf{K}_n$, а $|\mathbf{k}| = \frac{\omega}{c}$ - значение волнового вектора в вакууме. Полученные уравнения (1.83) носят название фундаментальных уравнений динамической теории [1,4,5,11]. Они представляют собой систему линейных уравнений, число которых равно числу волн с индукцией $\mathbf{D}_n$. и связывают между собой значения волновых векторов и амплитуд волн самосогласованного волнового поля в кристаллической решетке, возбужденного внешней падающей волной, или, другими словами, полученная система уравнений связывает значения волновых векторов и энергий соответствующих мод. Поэтому эта система уравнений представляет собой дисперсионные уравнения для самосогласованного поля в кристаллической решетке.

Очень полезна геометрическая интерпретация приведенной выше системы уравнений. Согласно представлений Эвальда дисперсионные уравнения описывают *m*-листную поверхность в обратном пространстве в окрестности точки Лауэ (точных условий дифракции). Если из любой точки *M* (см. рис.1.12) этой поверхности провести прямые линии в точки обратного пространства с индексами *0,1,...,m,* полученные отрезки будут волновыми векторами $\mathbf{K}_0,\mathbf{K}_1,...,\mathbf{K}_n$ волн самосогласованного волнового поля распространяющегося в кристалле. Таким образом поверхность, описываемая дисперсионными уравнениями, является геометрическим местом точек распространения для *m*-волновой дифракционной задачи.

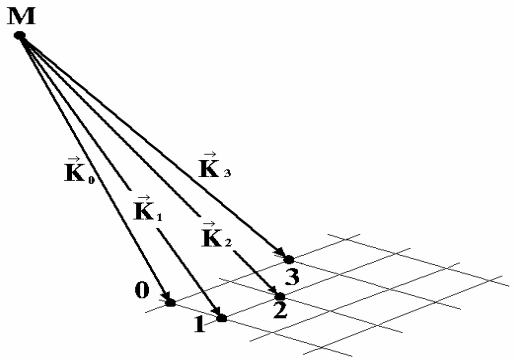


Рис.1.12.Геометрическая интерпретация связи волновых векторов с дисперсионной поверхностью. Точка M принадлежит m-листной поверхности, называемой дисперсионной поверхностью. Узлы 0,1,2,3 соответствуют узлам обратной решетки с индексами $h_0k_0l_0$, $h_1k_1l_1$, $h_2k_2l_2$, $h_3k_3l_3$. участвующими в дифракции.

1.4.2. ДВУХВОЛНОВОЕ ПРИБЛИЖЕНИЕ В СОВЕРШЕННОМ КРИСТАЛЛЕ

Система уравнений (1.83) в общем случае должна состоять из бесконечного числа уравнений, однако даже беглый анализ системы показывает, что величины $\boldsymbol{D}_m$ резко уменьшаются с ростом разности $\boldsymbol{K}_n^2 - \boldsymbol{k}^2$. Действительно, правая часть системы не может сильно изменяться при переходе от одного уравнения этой системы к другому, т.е. $\boldsymbol{D}_m$ велико, если $\boldsymbol{K}_n^2 - \boldsymbol{k}^2$ мало. Это означает, что значениями $\boldsymbol{D}_m$ для всех членов с большим $\boldsymbol{K}_n^2 - \boldsymbol{k}^2$ можно пренебречь, ввиду их малости. Тогда число уравнений в системе (1.83) можно ограничить.

Наибольший практический интерес представляет тот случай, когда ориентация кристалла близка к одному из брегговских положений, например, к положению с волновым вектором (вектором отражения) $\boldsymbol{K}_1$, т.е. когда только два узла обратной решетки с индексами *0* и *1* (индексы Миллера которых *(000)* и *(hkl)* соответственно) лежат вблизи сферы Эвальда. Такой случай показан на рис.1.13 и получил название двухволнового приближения [1,4,5,11].

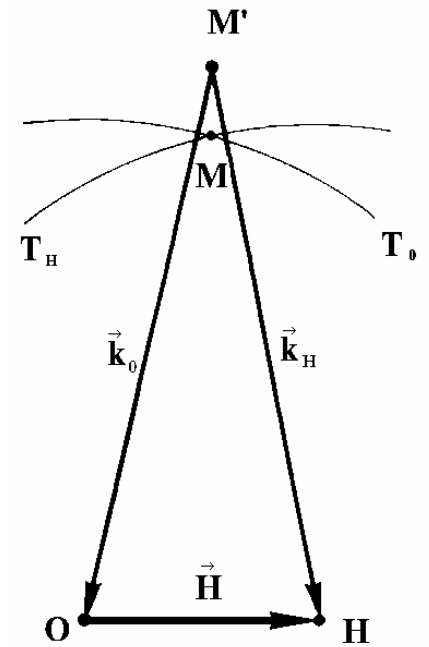


Рис1.13.Геометрия расположения волновых векторов для случая двух сильных волн. Точка M' соответствует случаю, когда коэффициент преломления равен единице, т.е. рассеяние происходит в вакууме и носит название точки Лоренца. Точка M соответствует центру распространения с учетом преломления, но для чисто кинематического случая, когда взаимодействием волн можно пренебречь. T_H и T_0 - следы от пересечения сфер радиуса k и k, проведенных из узлов решетки 0 и H. Точка их пересечения называется точкой Лауэ.

В этом случае в решении волнового уравнения остается только два члена

$$\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \mathbf{D}_0 \cdot e^{i[\omega t - (\mathbf{K}_0,\mathbf{r})]} + \mathbf{D}_1 \cdot e^{i[\omega t - (\mathbf{K}_1,\mathbf{r})]} \tag{1.84}$$

Тогда система уравнений (1.83) будет состоять из двух уравнений

$$\begin{cases} \dfrac{\mathbf{K}_0^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_0^2} \cdot \mathbf{D}_0 = \chi_0 \mathbf{D}_0 + C\chi_{-1}\mathbf{D}_1 \\ \dfrac{\mathbf{K}_1^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K}_1^2} \cdot \mathbf{D}_1 = \chi_1 \mathbf{D}_0 + C\chi_0 \mathbf{D}_1 \end{cases} \tag{1.85}$$

После несложных преобразований написанная выше система может быть записана в матричной форме

$$\begin{vmatrix} \dfrac{\mathbf{K_0}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_0}^2} - \chi_0 & -\chi_{-1}C \\ -\chi_1 C & \dfrac{\mathbf{K_1}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_1}^2} - \chi_0 \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \mathbf{D_0} \\ \mathbf{D_1} \end{vmatrix} = 0 \qquad (1.86)$$

Эта линейная система уравнений будет иметь нетривиальные решения, если детерминант системы тождественно равен нулю, т.е. когда

$$\left(\frac{\mathbf{K_0}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_0}^2} - \chi_0 \right) \cdot \left(\frac{\mathbf{K_1}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_1}^2} - \chi_0 \right) = C\chi_{-1}\chi_1 \qquad (1.87)$$

Здесь поляризационный множитель *C=1* для компонент волнового поля, поляризованных перпендикулярно к плоскости рассеяния (σ-поляризация), и $C=\cos 2\theta$ для компонент, поляризованных в этой плоскости (π-поляризация), $\theta = \frac{1}{2}\mathbf{K_0}\hat{}\mathbf{K_1}$ - брегговский угол.

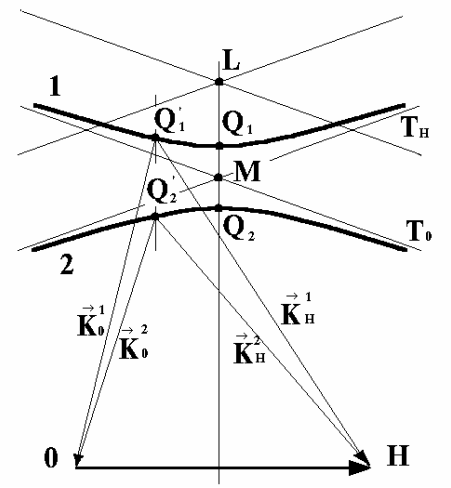


Рис.1.14.Сечение (1,2) дисперсионной поверхности плоскостью рассеяния для двухволнового случая. Кривые 1 и 2 соответствуют двум листам дисперсионной поверхности. Q_1 и Q_2 - связанные точки возбуждения, соответствующие двум типам блоховских волн. T_0 и T_1 - асимптотические поверхности, к которым приближаются ветви дисперсионной поверхности вдали от точного условия брегговского отражения.

Это уравнение описывает двулистную поверхность вращения типа гиперболического цилиндра с осью вращения, совпадающей с вектором обратной решетки $\mathbf{H_1}$ (называемым вектором дифракции или вектором отражения) и асимптотами T_0 ,T_1, и носит название дисперсионного уравнения (см. рис.1.14). Дисперсионные уравнения позволяют в каждом конкретном случае определить амплитуды всех волн участвующих в рассеянии и, следовательно, определить интенсивности всех дифракционных пиков.

Не вдаваясь в детали вывода можно получить выражения связывающие коэффициенты отражения *R(θ)* и прохождения *T(θ)* с величиной дифракционного угла и таким образом построить профили дифракционных линий, однако в общем случае выражения эти достаточно громоздки. Для симметричного лауэвского случая дифракции рентгеновских лучей на плоскопараллельной пластинке при отсутствии поглощения эти соотношения вид

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

$$R(y) = \left| \frac{\chi_h}{\chi_{\bar{h}}} \right| \cdot \frac{sin^2 (A\sqrt{1+y^2})}{1+y^2} \quad , \qquad (1.88)$$

где $A = \frac{\pi t}{\Lambda}, y = \frac{sin 2\theta_B}{C|\chi_{rh}|} \cdot \Delta\theta, \Lambda = \frac{\lambda \cdot cos\,\theta_B}{C|\chi_{rh}|}$. Из этих соотношений легко видеть, что, как проходящая, так и отраженная волны зависят не только от величины угла $\Delta\theta$, но и от толщины кристалла t. На рис.1.15 показаны коэффициенты прохождения $T(A,y)$ и отражения $R(A,y)$ вблизи максимума для случая прозрачной плоскопараллельной кристаллической пластики. Эти зависимости имеют осциллирующий характер и быстро убывают с увеличением отклонения от точного брегговского положения за счет множителя $(1+y^2)^{-1}$.

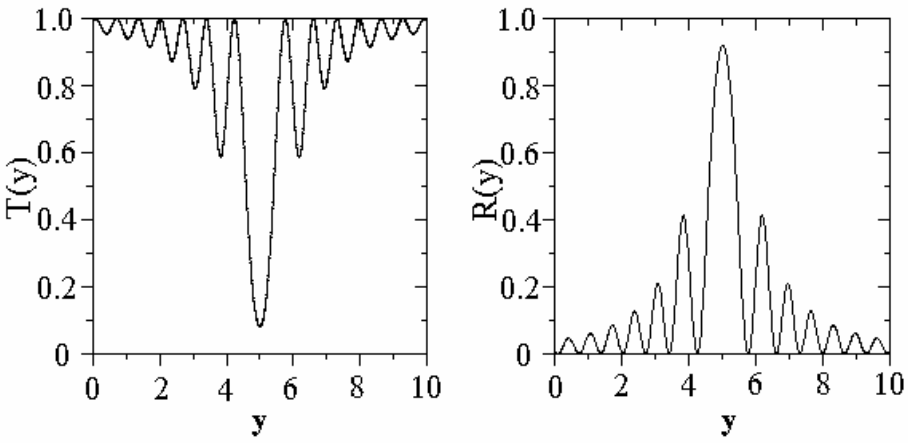


Рис.1.15.Характер изменений коэффициентов прохождения T(A,y) и отражения R(A,y) в окрестности брегговского максимума.

Чтобы проследить изменение коэффициентов $T(A,y)$ и $R(A,y)$ с толщиной кристалла необходимо проинтегрировать выражения (1.88) по параметру y определяемому величиной отклонения от брегговского положения. На рис.1.16 показана зависимость интегрального коэффициента отражения от толщины кристалла. Из рисунка видно, что интенсивность дифрагированного пучка осциллирует с увеличением толщины кристалла. Аналогичным образом ведет себя и проходящая волна. Этот эффект впервые был обнаружен теоретически Эвальдом и получил название маятникого эффекта. Такое поведение интенсивности дифрагированной и отраженной волн связано с взаимной перекачкой энергии между этими волнами и совершенно аналогично перекачки энергии между двумя связанными маятниками. Отсюда становится понятно название эффекта.

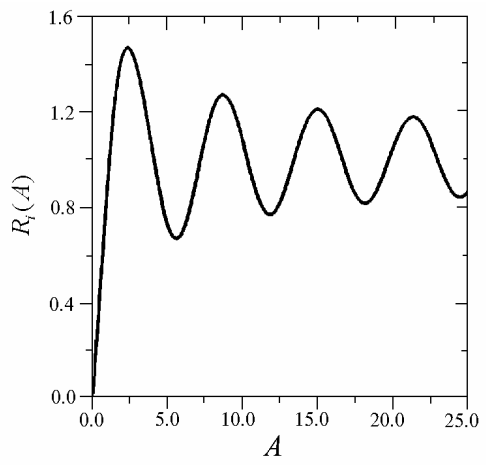


Рис.1.16. Осциллирующий характер зависимости $R_i(A)$ интегрального коэффициента отражения от толщины кристалла.

1.4.3. ВАЖНЕЙШИЕ СЛЕДСТВИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ РАССЕЯНИЯ

Поскольку дисперсионная поверхность по существу представляет собой изоэнергетическую поверхность в пространстве обратной решетки, анализ ее формы аналогичен анализу формы Ферми-поверхности вблизи границы зоны Бриллюэна [1,5,11,22,23].

В рассматриваемом двухволновом случае легко показать, что в плоскости рассеяния вблизи точки M (пересечения двух сфер распространения с плоскостью рассеяния) уравнения описывают гиперболу с асимптотами T_0 и T_1, являющимися следами сфер распространения. Вблизи этой точки сферы мало отличаются от плоскостей, а их следы в плоскости рассеяния мало отличаются от прямых линий. Радиус сфер равен $k\sqrt{1+\chi_0}$, что соответствует распространению волн в однородной среде ($k \approx 10^8 - “^{-1}$) с показателем преломления $\sqrt{1+\chi} \approx 1 + \frac{\chi_0}{2}$. Так как $\chi_0 < 0, |\chi| \approx 10^{-6}$, кристалл для рентгеновских волн является менее плотной средой, чем вакуум. 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) $n^2 - 1 = \frac{4\pi Ne^2}{m\left(\omega_0{}^2 - \omega^2\right)}$ собственной частотой ω_0 можно пренебречь и тогда соотношение дисперсии примет вид $n^2 = 1 - \frac{4\pi Ne^2}{m\omega^2}$. 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.

На языке теории зон Бриллюэна каждой точке дисперсионной поверхности соответствует квазичастица, или, другими словами, блоховская

волна с заданным квазиимпульсом, распространяющимся вдоль нормали к дисперсионной поверхности. На границе зоны Бриллюэна благодаря сильному брегговскому отражению дисперсионная поверхность расщепляется. Именно этот участок дисперсионной поверхности, похожий на гиперболический цилиндр, представляет интерес для анализа волновых полей в кристалле, находящемся вблизи брегговского положения. Как и всякая изоэнергетическая поверхность в пространстве обратной решетки, дисперсионная поверхность перпендикулярна границе зоны Бриллюэна.

Двум листам дисперсионной поверхности соответствуют два типа блоховских волн (квазичастиц), различающихся знаком эффективной массы и величиной фазовой скорости. Разница в скоростях блоховских волн определяется величиной расщепления дисперсионной поверхности. Для точного брегговского положения расщепление минимально и соответственно равно расстоянию между вершинами гипербол

$$\Delta k_{min} = \left|{}^{1}\mathbf{K} - {}^{2}\mathbf{K}\right| \approx kC\sqrt{\chi_{-1}\chi_{1}} \cdot \sec\theta \qquad (1.89)$$

Если $k \approx 10^{8}$ ñì $^{-1}$, а $\left|\chi\right| \approx 10^{-5}$, величина расщепления оказывается порядка $\Delta k_{min} \approx 10^{3}$ ñì $^{-1}$.

Распространение в кристалле двух типов блоховских волн с близкими волновыми векторами приводит к возникновению в суммарном волновом поле пространственных по глубине биений (аналогично биениям в системе двух связанных маятников) - на расстоянии $\Lambda = \dfrac{2\pi}{\left|\Delta\mathbf{K}\right|}$ в направлении нормали к выходной поверхности происходит перекачка энергии из проходящей волны в дифрагированную и обратно. Это явление получило название "маятникого эффекта"; период Λ в динамической теории называется экстинкционной длиной и определяется величиной

$$\Lambda = \frac{2\pi}{\left|\Delta\mathbf{K}\right|} = \frac{\lambda \cdot \cos\theta}{c\sqrt{\chi_H \chi_{\bar{H}}}} \qquad (1.90)$$

Это явление было предсказано еще Эвальдом в 1917 году, но экспериментально было обнаружено только в 1959 году Като и Лангом в виде полос равной толщины на клиновидных кристаллах [1,4,5,19].

Блоховские волны, принадлежащие разным листам дисперсионной поверхности, имеют существенно различные коэффициенты поглощения. Физическая причина этого различия состоит в том, что пучности волн *1-ого типа* точно попадают на узлы кристаллической решетки, в то время как пучности волн *2-ого типа* скользят между узлами решетки. Величина коэффициентов поглощения определяется соотношением

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_0}{\cos\theta} \cdot \left(1 \pm C \cdot \frac{\chi''_H}{\chi''_0}\right) \qquad (1.91)$$

Здесь $\mu_0 = \left|\mathbf{K}\right| \cdot \chi''_0 = \dfrac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi''_0$ - фотоэлектрический коэффициент поглощения; χ''_0, χ''_H - мнимая часть Фурье компонент поляризуемости. Два знака относятся к волнам *1-ого* и *2-ого типа*. Это различие в поглощении лежит в основе явления аномального прохождения рентгеновских лучей, открытого Борманом в 1941 году ("эффект Бормана") [1,4,5].

Если на идеальный кристалл, находящийся в точном брегговском положении, падает плоская монохроматическая волна, как уже говорилось выше, внутри кристалла возбуждается волновое поле, являющееся суперпозицией двух блоховских волн. Это соответствует возбуждению двух связанных точек на дисперсионной поверхности. В симметричном лауэвском случае этими точками будут вершины гипербол. Отклонение кристалла от точного брегговского положения будет приводить к смещению точек возбуждения вдоль ветвей дисперсионной поверхности и соответствующим поворотам волновых векторов блоховских волн двух типов (см. рис.1.17).

Следует подчеркнуть, что 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 $-10^4 \div 10^5$.

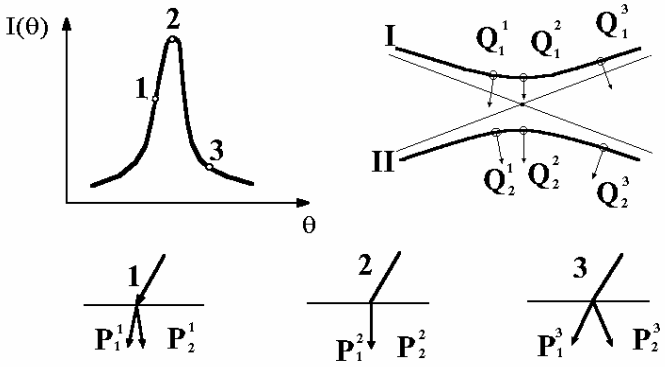


Рис.1.17.Схема, иллюстрирующая динамический эффект углового усиления. а)-кривая отражения, выделены рабочие точки 1,2,3 б)-дисперсионная поверхность, на которой показаны соответствующие точки возбуждения Q_1, Q_2, Q_3 ; в)-участки кристалла и соответствующие направления групповых скоростей блоховских волн, для точек 1,2,3.

1.4.4. ВОЛНОВОЕ ПОЛЕ В КРИСТАЛЛАХ С ИСКАЖЕНИЯМИ. УРАВНЕНИЯ ТАКАГИ - ТОПЕНА

Проведенный выше анализ уравнения (1.70) достаточно трудно обобщить на случай деформированного кристалла. Однако, как отмечалось выше в 1.4.1., С.Такаги [27,28] предложил способ преобразования уравнения (1.70) в систему дифференциальных уравнений первого порядка.

Характеристики среды в волновом уравнении можно учесть через функцию поляризуемости $\chi(\mathbf{r})$. 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.

$$\chi(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl},(\mathbf{r}-\mathbf{U}(\mathbf{r})))} = \sum_{hkl} \chi_{hkl} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})} \cdot e^{i(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{U}(\mathbf{r}))} \qquad (1.92)$$

Первые два сомножителя, стоящие под знаком суммы, точно такие же, как и для идеального кристалла. Последний экспоненциальный множитель связан с полем смещений в искаженной решетки. Учитывая сказанное, решение уравнения для волнового поля в таком кристалле следует искать в виде [18-23]

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}) = \sum_{hkl} \mathbf{D}_{\mathbf{hkl}} \cdot e^{i\{(\mathbf{K}_{hkl},\mathbf{r})-(\mathbf{H}_{hkl},\mathbf{r})\}} \tag{1.93}$$

Если искажения достаточно слабо меняются на расстоянии экстинкционной длины т.е. $\left|\partial u(r)/\partial r\right| << 1$, то после несложных, но достаточно громоздких преобразований уравнение (1.70) для случая двухволнового рассеяния, когда на сферу Эвальда попадает только два узла обратной решетки, примет вид

$$\begin{cases} -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z}-\dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot\mathbf{D}_0 = \chi_{-1}C\mathbf{D}_1 \\ -2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z}-\dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot\mathbf{D}_1 = \chi_1 C\mathbf{D}_0 - \alpha(r)\cdot\mathbf{D}_1 \end{cases}, \tag{1.94}$$

где $\alpha(r) = \alpha_0 - 2\left(\dfrac{\partial}{\partial z}-\dfrac{\partial}{\partial x}\right)\cdot\left(\mathbf{H}_{\mathbf{hkl}},\mathbf{U}(\mathbf{r})\right)$ - функция, описывающая локальные разориентации решетки, связанные с полем ***U(r)*** дефекта. Полученную систему уравнений можно переписать в матричной форме

$$\begin{vmatrix} 2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z}-\dfrac{\partial}{\partial x}\right) & \chi_{-1} \\ \chi_1 & 2i\left(\dfrac{\partial}{\partial z}-\dfrac{\partial}{\partial x}\right)-\alpha(\mathbf{r}) \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \mathbf{D}_0 \\ \mathbf{D}_1 \end{vmatrix} = 0, \tag{1.95}$$

или в форме телеграфного уравнения вида

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial z^2}-\frac{\partial^2}{\partial x^2}+j\,\frac{\alpha(\mathbf{r})}{2}\left(\frac{\partial}{\partial z}-\frac{\partial}{\partial x}\right)+\frac{\chi^2}{4}\right]\cdot\mathbf{D}_j = 0 \tag{1.96}$$

Эта система впервые была получена в 1969 году С.Такаги [27,28] и носит его имя. Для случая дифракции электронов проведенные выше рассуждения и выводы остаются в основном в силе с той лишь разницей, что исходными уравнениями будут не уравнения Максвелла, а уравнение Шредингера и в решении будут фигурировать волновые функции электронов. Существенным отличием для электронов будет очень малая величина дифракционного угла ($\theta \approx 10^{-2}$ *рад*), что приводит к возможности использования так называемого "колонкового приближения". Малость дифракционного угла позволяет пренебречь зависимостью волновых функций в задачах дифракции от координаты *x* (в установке принятой на стр.43). В этом приближении для решения задач о дифракции электронов в кристаллах содержащих дефекты могут быть выведены уравнения аналогичные уравнениям (1.94). Они имеют следующий вид

$$\frac{d}{dz}\begin{pmatrix}\Psi_0(z)\\ \Psi_1(z)\end{pmatrix} = \frac{i\pi}{\xi_g}\cdot\begin{pmatrix}-w & 1\\ 1 & w\end{pmatrix}\cdot\begin{pmatrix}\Psi_0(z)\\ \Psi_1(z)\end{pmatrix} \tag{1.97}$$

Параметр *w(**r**)* описывает локальные разориентации кристаллической решетки связанные с дефектом и определяется выражением

$$w(\boldsymbol{r}) = \frac{\xi_g \boldsymbol{K}}{2\pi}\cdot\frac{\partial}{\partial z}\boldsymbol{u}(\boldsymbol{r}), \tag{1.98}$$

ξ_g - комплексная длина экстинкции $\frac{\pi}{\xi_g} = \frac{\pi}{\Lambda} + i\mu$. Эти уравнения аналогичны уравнениям (1.94) для рентгеновского волнового поля и носят название уравнений Хови-Уэлана [16,31].

Уравнения Такаги (Хови-Уэлана) являются основой для расчетов изображения дефектов любого вида. Для большинства случаев дефектов кристаллической решетки решение этих уравнений может быть проведено лишь численно. Например, для случая упругого поля дислокаций функция ***u(r)*** имеет достаточно сложный вид [37]

$$\mathbf{U}(\mathbf{x}) = \frac{1}{4\pi} \cdot \left\{ -\Omega \mathbf{b} - \frac{1-2\nu}{1-\nu} \cdot [\mathbf{t} \times \mathbf{b}] \cdot ln|\mathbf{x}| + \frac{1}{1-\nu} \cdot [\mathbf{t} \times \mathbf{b}] \cdot \frac{|\mathbf{x}|}{|\mathbf{x}|^2} \mathbf{x} \right\} \tag{1.99}$$

Здесь ***x*** - вектор, определяющий кратчайшее расстояние от оси дислокации до точки наблюдения *r*, *Ω* - телесный угол, под которым из точки *r* видна положительная сторона полуплоскости, границей которой является ось дислокации, ***t*** - единичный вектор, определяющий ориентацию дислокации, ***b*** - вектор Бюргерса дислокации, *ν* - коэффициент Пуассона. Для расчета дифракционного изображения какого-либо дефекта необходимо найти значения амплитуд поля $\boldsymbol{D_0}$ и $\boldsymbol{D_1}$ в узлах сетки (x_i, y_i), на которую разбивается все поле дифракционной топограммы. Распределение интенсивности дифрагированной волны на выходной поверхности кристалла для случая неполяризованного излучения будет определяться сложением интенсивностей для двух поляризаций

$$I(x, y) = \frac{1}{2} \cdot \left[|\mathbf{D}(\mathbf{x}, \mathbf{y})|_\sigma^{\,2} + |\mathbf{D}(\mathbf{x}, \mathbf{y})|_\pi^{\,2} \right] \tag{1.100}$$

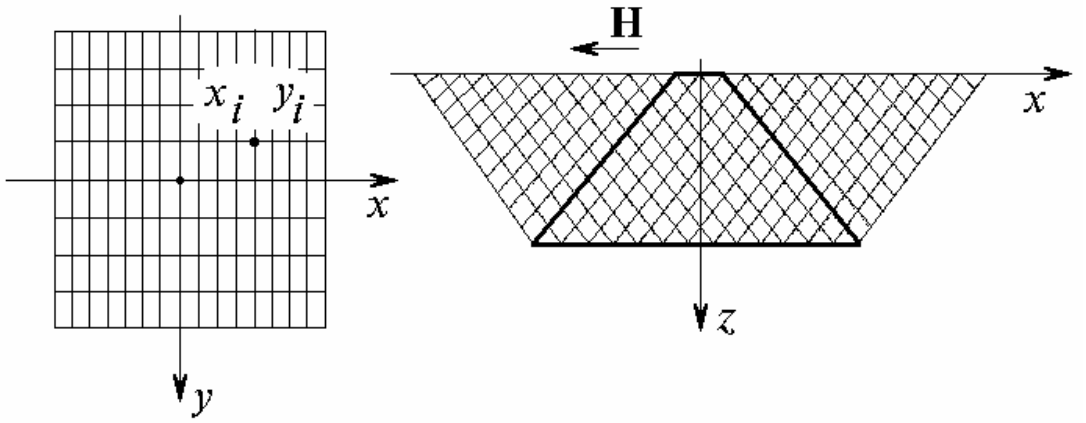


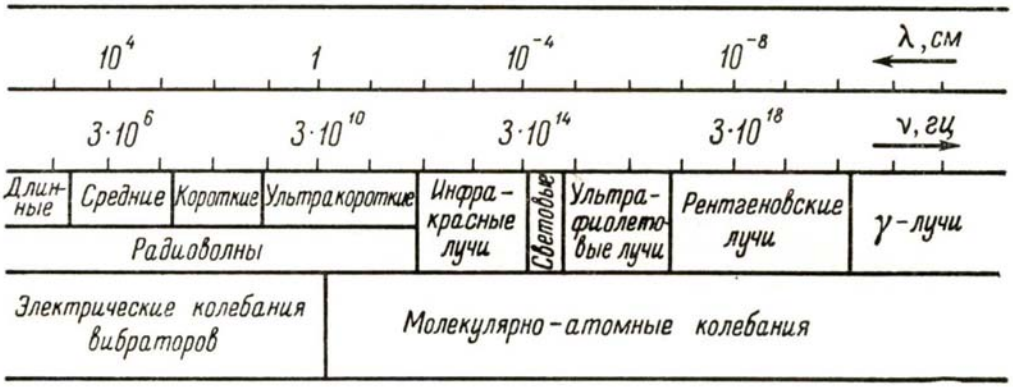
Рис.1.18.Сетка, в узлах которой вычисляется интенсивность на рентгеновской топограмме -а); сетка для проведения вычислений по методу конечных разностей в плоскости рассеяния -б).

Для решения уравнений подобного типа обычно используется метод конечных разностей [18-23]. Задача считается в точках сетки (x_i, y_i) для каждого фиксированного y_j, для двух значений поляризации, т.е. в каждом сечении, образованного дифракционными векторами $\mathbf{K_0}, \mathbf{K_1}$ (так называемого треугольника Бормана). На рис.1.18 показаны схемы разбиения дифракционного изображения на элементы для численного расчета методом конечных разностей.

ПРИЛОЖЕНИЕ 0
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}см=10^{3}мм=10^{6}мкм=10^{9}нм=10^{10}Å
1μ=10^{-6} m
1nm=10^{-9} m



Шкала электромагнитных волн.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Выод интерференционной функции Лауэ

Запишем еще раз выражение для суммарной амплитуды волн приходящих в точку наблюдения М.

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}(t)\cdot\sum_{m=0}^{N}\sum_{n=0}^{N}\sum_{p=0}^{N} e^{ik\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),(\mathbf{a}m+\mathbf{b}n+\mathbf{c}p)\right]} = \mathrm{E}(t)\cdot\mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0)\,, \qquad (1.9)$$

где $\mathrm{L}\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}\right) = \prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}]}$. Введем обозначения удобные для последующих преобразований

$$\Psi_a = \frac{k}{2}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0\right),\mathbf{a}\right]$$
$$\Psi_b = \frac{k}{2}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0\right),\mathbf{b}\right] \qquad (1.11)$$
$$\Psi_c = \frac{k}{2}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0\right),\mathbf{c}\right]$$

Тогда выражение для суммарной амплитуды можно записать в виде

$$\mathbf{E} = \mathrm{E}(t)\cdot \mathrm{L}(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0) = \mathrm{E}(t)\cdot\prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N} e^{ikm[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}]} = \mathrm{E}(t)\cdot\prod_{a,b,c}^{3}\sum_{m=0}^{N} e^{2im\psi_a}$$

Здесь под знаком суммы стоит геометрическая прогрессия, причем первый член прогрессии $a_1 = 1$, а знаменатель прогресии $q = e^{-ik[(\mathbf{s}-\mathbf{s}_0),\mathbf{a}]} = e^{-2i\psi_a}$, тогда сумма членов такого ряда $S_n = \dfrac{a_1\left(1-q^n\right)}{1-q}$. Следовательно $\sum_{0}^{N} e^{2im\psi_a} = \dfrac{1-\exp\left(2\mathrm{i}\mathrm{N}\Psi_a\right)}{1-\exp\left(2\mathrm{i}\Psi_a\right)}$.

Для получения сумманой интенсивности необходимо значение амплитуды умножить на комплексно-сопрчяженное ее значение. В результате после несложных преобразований имеем

$$I = \mathrm{E}\times\mathrm{E}^* = \left[\frac{1-\exp\left(2iN\Psi_a\right)}{1-\exp\left(2i\Psi_a\right)}\cdot\frac{1-\exp\left(-2iN\Psi_a\right)}{1-\exp\left(-2i\Psi_a\right)}\right] =$$
$$= \frac{1-\exp\left(-2iN\Psi_a\right)-\exp\left(2iN\Psi_a\right)+1}{1-\exp\left(-2i\Psi_a\right)-\exp\left(2i\Psi_a\right)+1} =$$
$$= \frac{2\left[1-Cos2N\Psi_a\right]}{2\left[1-Cos2\Psi_a\right]} = \frac{2Sin^2\left(N\Psi_a\right)}{2Sin^2\left(\Psi_a\right)} = \frac{Sin^2\left(N\Psi_a\right)}{Sin^2\left(\Psi_a\right)}$$

Вспоминая соответствующие формулы Эйлера и соотношения из тригонометрии

$$\frac{e^{ix}+e^{-ix}}{2} = Cosx \qquad 2Cos^2\frac{\alpha}{2} = 1+\cos\alpha$$
$$\frac{e^{ix}-e^{-ix}}{2} = Sinx \qquad 2Sin^2\frac{\alpha}{2} = 1-Cos\alpha$$

и суммируя по всем трем направлениям получаем

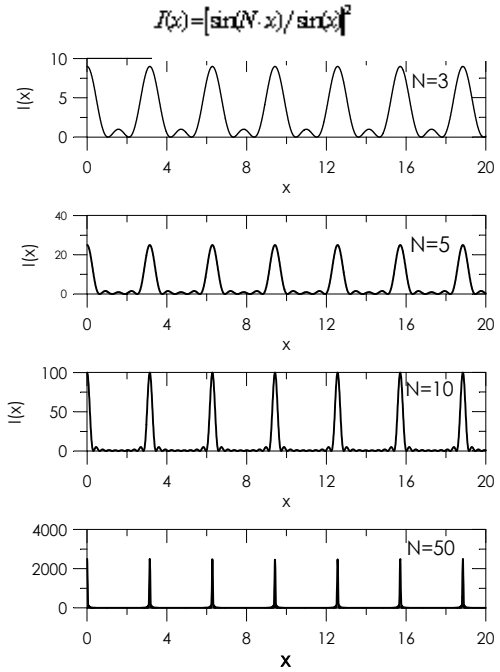
$$I = \left(\frac{\mathbf{E}}{R}\right)^2\cdot\prod_{\mathrm{a,b,c}}^{3}\frac{\sin^2\left(\mathrm{N}\Psi_a\right)}{\sin^2\left(\Psi_a\right)} \qquad (1.13)$$

Анализ полученной функции показывает, что положения главных максимумов определяется при $\Psi_1 = \pi h, \Psi_2 = \pi k, \Psi_3 = \pi l$, где *h,k,l* - целые числа т.е. Функция стоящая под знаком произведения получила название **Интерференционной функции Лауэ**. Величина главных максимумов равна $I_{max} = \left(\dfrac{E}{R}\right)^2\cdot\left(N^3\right)^2$.

Положения главных максимумов определяются уравнениями Лауэ

$$\left\{\begin{aligned}\Psi_1 &= \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}\right),\mathbf{a}\right]=\pi h,\\ \Psi_2 &= \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}\right),\mathbf{b}\right]=\pi k,\\ \Psi_3 &= \frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[\left(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}\right),\mathbf{c}\right]=\pi l\end{aligned}\right\} \qquad (1.14)$$

Положения попочных максимумов определяются при $\Psi_1 = h \pm \frac{3}{2N}, h \pm \frac{5}{2N}$, и соответственно $\Psi_2 = h \pm \frac{3}{2N}, h \pm \frac{5}{2N}$ и $\Psi_3 = h \pm \frac{3}{2N}, h \pm \frac{5}{2N}$.



ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Индексы Миллера. Обратная решетка. Её свойства.

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

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.

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

Это уравнение можно переписать, если записать все координаты в относительных единицах через вектора элементарной ячейки $\mathbf{a},\mathbf{b},\mathbf{c}$.

$$\frac{x/a}{x_1/a}+\frac{y/b}{y_1/b}+\frac{z/c}{z_1/c}=1 \qquad (2)$$

введем новые обозначения

$$\begin{cases} h=\dfrac{a}{x_1}\cdot r \\ k=\dfrac{b}{y_1}\cdot r \\ l=\dfrac{c}{z_1}r \end{cases} \qquad (3)$$

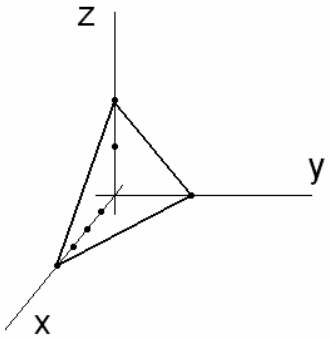
Здесь r целое число. Тогда уравнение плоскости можно переписать в виде

$$\frac{x}{a}\cdot h+\frac{y}{b}\cdot k+\frac{z}{c}l=r \qquad (4)$$

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

$$x'h+y'k+z'l=r \qquad (5)$$

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



Рассмотрим такой пример. Пусть плоскость отсекает на осях координат отрезки [[400]], [[010]], [[020]]. Возьмем обратные величины этих отрезков $\left(\frac{1}{4},1,\frac{1}{2}\right)$ 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.

Введем новую решетку с элементарными векторами $\mathbf{a}^*,\mathbf{b}^*,\mathbf{c}^*$ и назовем ее обратной решеткой. Обратная решетка является чисто математическим образом. Любой узел обратной решетки будет описываться вектором трансляции $\mathbf{H}=h\mathbf{a}^*+k\mathbf{b}^*+l\mathbf{c}^*$. Здесь h,k,l – тоже целые числа. Введем условия, которым будут удовлетворять элементарные вектора новой решетки.

$$\begin{cases} (\mathbf{a},\mathbf{a}^*)=(\mathbf{b},\mathbf{b}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{c}^*)=1 \\ (\mathbf{a},\mathbf{b}^*)=(\mathbf{a},\mathbf{c}^*)=(\mathbf{b},\mathbf{a}^*)=(\mathbf{b},\mathbf{c}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{a}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{b}^*)=0 \end{cases} \qquad (6)$$

Например, равенство $(\mathbf{a},\mathbf{b}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{b}^*)=0$ говорит о том, что вектор $\mathbf{b}^*$ перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **a** и **c**. Соответственно равенство $(\mathbf{a},\mathbf{c}^*)=(\mathbf{b},\mathbf{c}^*)=0$ указывает на то, что вектор $\mathbf{c}^*$ перпендикулярен к

плоскости, в которой лежат вектора, **a** и **b**. Ну а равенство $(\mathbf{b},\mathbf{a}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{a}^*)=0$ свидетельствует о том, что вектор $\mathbf{a}^*$ - перпендикулярен к плоскости, в которой лежат вектора **b c**. Следовательно, можно записать

$$\begin{cases}\mathbf{a}^*=\alpha_1[\mathbf{bc}]\\ \mathbf{b}^*=\alpha_2[\mathbf{ca}]\\ \mathbf{c}^*=\alpha_3[\mathbf{ab}]\end{cases} \tag{7}$$

Здесь $\alpha_{1,}\alpha_{2,}\alpha_3$ неизвестные коэффициенты пропорциональности. Воспользуемся первым условием выражения (6). Подставим в него значения векторов обратной решетки $\mathbf{a}^*,\mathbf{b}^*,\mathbf{c}^*$ из (7).

$$(\mathbf{a},\mathbf{a}^*)=(\mathbf{b},\mathbf{b}^*)=(\mathbf{c},\mathbf{c}^*)=(\mathbf{a},\alpha_1[\mathbf{bc}])=(\mathbf{b},\alpha_2[\mathbf{ca}])=(\mathbf{c},\alpha_3[\mathbf{ab}])=1 \tag{8}$$

Последние три равенства можно переписать так

$$\alpha_1(\mathbf{a},[\mathbf{bc}])=\alpha_2(\mathbf{b},[\mathbf{ca}])=\alpha_3(\mathbf{c},[\mathbf{ab}])=1 \tag{9}$$

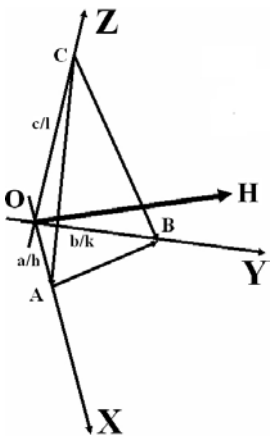
Однако из векторной алгебры известно, что смешанное произведения трех векторов $\mathbf{a},\mathbf{b},\mathbf{c}$ образующих параллелепипед равно объему этого параллелепипеда. Т.е.

$$V=(\mathbf{a}[\mathbf{bc}])=(\mathbf{b}[\mathbf{ca}])=(\mathbf{c}[\mathbf{ab}]). \tag{10}$$

Тогда $\alpha_1=\alpha_2=\alpha_3=\dfrac{1}{V}$. Следовательно, выражение (7) можно переписать в виде

$$\begin{cases}\mathbf{a}^*=\dfrac{1}{V}[\mathbf{bc}]\\ \mathbf{b}^*=\dfrac{1}{V}[\mathbf{ca}]\\ \mathbf{c}^*=\dfrac{1}{V}[\mathbf{ab}]\end{cases} \tag{11}$$

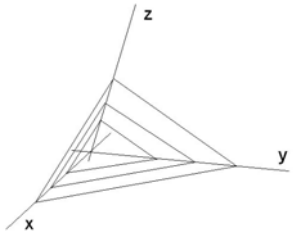
Основные свойства вектора обратной решетки.



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 плоскости прямой решетки с индексами (*hkl*). Рассмотрим, например плоскость ABC (см. рис1) 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 $\mathbf{AB}$. Он будет определяться как разность двух других векторов $\mathbf{AB}=\mathbf{OB}-\mathbf{OA}=\dfrac{\mathbf{b}}{k}-\dfrac{\mathbf{a}}{h}$. Если вектор **H** перпендикулярен этой плоскости, скалярные произведения $(\mathbf{H},\mathbf{AB})$, $(\mathbf{H},\mathbf{AC})$, $(\mathbf{H},\mathbf{CB})$ должны быть равны нулю.

$$\left(\mathbf{H},\frac{\mathbf{b}}{k}-\frac{\mathbf{a}}{h}\right)=\left(h\mathbf{a}^*+k\mathbf{b}^*+l\mathbf{c}^*,\frac{\mathbf{b}}{k}-\frac{\mathbf{a}}{h}\right)=1-1=0 \qquad (12)$$

Аналогичное рассмотрение можно провести и для любой другой прямой лежащей в плоскости ABC.



Другим важнейшим свойством вектора **H** является то, что его модуль всегда равен обратной величине межплоскостного расстояния $|\mathbf{H}|=\frac{1}{d_{hkl}}$ для плоскостей с индексами (*hkl*).

Атомную решетку любой симметрии можно представить как семейство параллельных плоскостей с индексами (*hkl*). Причем расстояния между этими плоскостями и расстояние от начала координат должнs быть кратно межплоскостному расстоянию d_{hkl}. Если вектор $\mathbf{R}=m\mathbf{a}+n\mathbf{b}+p\mathbf{c}$, текущий радиус-вектор точек одной из этих плоскостей, то уравнение 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), а вектор $\frac{\mathbf{H}}{|\mathbf{H}|}$ это единичный вектор нормали к плоскости.

$$sd=\frac{1}{|\mathbf{H}|}(\mathbf{R},\mathbf{H})=\frac{1}{|\mathbf{H}|}(m\mathbf{a}+n\mathbf{b}+p\mathbf{c},h\mathbf{a}^*+k\mathbf{b}^*+l\mathbf{c}^*)=\frac{1}{|\mathbf{H}|}(mh+nk+pl) \qquad (13)$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Уравнения Лауэ

Запишем условия Лауэ

$$\left\{\begin{aligned}\Psi_1&=\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}\right]=\pi h,\\ \Psi_2&=\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{b}\right]=\pi k,\\ \Psi_3&=\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{c}\right]=\pi l\end{aligned}\right\}\Rightarrow\begin{aligned}&\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{a}\right]=\pi h,\\ &\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{b}\right]=\pi k,\\ &\frac{\pi}{\lambda}\cdot\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}),\mathbf{c}\right]=\pi l\end{aligned}\Rightarrow\begin{aligned}&\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{a}\right]=h,\\ &\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{b}\right]=k,\\ &\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{c}\right]=l\end{aligned}\quad(1)$$

Докажем вначале векторное тождество. Пусть $\mathbf{a},\mathbf{b},\mathbf{c}$ векторы атомной решетки, а $\mathbf{a}^*,\mathbf{b}^*,\mathbf{c}^*$ - векторы обратной решетки. Тогда для любого вектора **r** можно написать следующее тождество

$$\mathbf{a}^*(\mathbf{r},\mathbf{a})+\mathbf{b}^*(\mathbf{r},\mathbf{b})+\mathbf{c}^*(\mathbf{r},\mathbf{c})\equiv\mathbf{r} \qquad (2)$$

Действительно, запишем вектор $\mathbf{r}$ в пространстве обратной решетки $\mathbf{r}=h\mathbf{a}^*+k\mathbf{b}^*+l\mathbf{c}^*$. Умножая скалярно этот вектор последовательно на $\mathbf{a},\mathbf{b},\mathbf{c}$

получим $(\mathbf{a},\mathbf{r}) = h$, $(\mathbf{b},\mathbf{r}) = k$, $(\mathbf{c},\mathbf{r}) = l$, что и доказывает написанное тождество (2).

Теперь вернемся к условиям Лауэ. Умножим соответственно векторные равенства (1) на векторы $\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$ и сложим их.

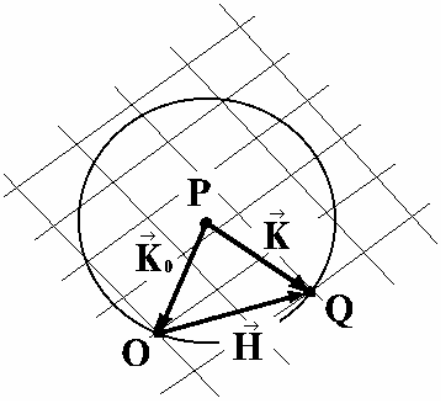
$$\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{a}\right] = h,$$

$$\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{b}\right] = k,$$

$$\left[(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda),\mathbf{c}\right] = l$$

$$\mathbf{a}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda,\mathbf{a}) + \mathbf{b}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda,\mathbf{b}) + \mathbf{c}^*(\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda,\mathbf{c}) = \mathbf{a}^*h + \mathbf{b}^*k + \mathbf{c}^*l = \mathbf{H}$$

Сравнивая с тождеством (2) можно записать $\mathbf{s}-\mathbf{s_0}/\lambda = \mathbf{H}$ или $\mathbf{K}-\mathbf{K_0} = \mathbf{H}$



Последнее выражение есть не что иное как уравнение Брегга в векторной форме.

Рассматривая приведенный рисунок легко записать скалярную форму уравнения Вульфа-Брегга.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Законы погасания для примитивной, гранецентрированной и объемоцентрированной решеток

	$N_P = h^2+k^2+l^2$	$N_F = h^2+k^2+l^2$	$N_I = h^2+k^2+l^2$
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

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Вывод системы дисперсионных уравнений для многовонового случая

Рассмотрим решение системы (1.70) в виде набора волн типа

$$\mathbf{D}(\mathbf{r},t) = \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K_0}+\mathbf{H},\mathbf{r})]} = \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K_m},\mathbf{r})]} = e^{i\omega t} \cdot \sum_m \mathbf{D}_m \cdot e^{i(\mathbf{K_m},\mathbf{r})}, \quad (1.76)$$

Если среда представляет собой кристаллическую решетку и следовательно распределение электронной плотности имеет трехмерную периодичность уравнение (1.70) можно преобразовать не решая его до конца и получить очень важные законы поведения волнового поля в кристалле.

Произведение $\chi\mathbf{D}$ можно записать, используя полученные выше соотношения для χ и **D**

$$\chi\mathbf{D} = \sum_H \sum_m \chi_{\mathbf{H}} \cdot \mathbf{D_m} \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K_m}+\mathbf{H},\mathbf{r})]} \quad (1.77)$$

Введя новый индекс суммирования $n=m+H$ и заменив вектор $\mathbf{K_m}+\mathbf{H}=\mathbf{K_n}$, получим

$$\chi\mathbf{D} = \sum_m \sum_n \chi_{n-m} \cdot \mathbf{D_m} \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K_n},\mathbf{r})]} \quad (1.78)$$

Если обозначить $(\chi\mathbf{D})_n = \sum_m \chi_{n-m} \cdot \mathbf{D_m}$, предыдущая формула примет вид

$$\chi\mathbf{D} = \sum_n (\chi\mathbf{D})_n \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K_n},\mathbf{r})]}. \quad (1.79)$$

Напомним некоторые соотношения векторной алгебры. Если вектор $\mathbf{U}(\mathbf{r},t)$ имеет вид плоской волны $\mathbf{U}(\mathbf{r},t) = \mathbf{A} \cdot e^{i[\omega t-(\mathbf{K},\mathbf{r})]}$, можно легко получить следующие векторные соотношения-заготовки:

$$div\mathbf{U}(\mathbf{r},t) = -i(\mathbf{K},\mathbf{U}(\mathbf{r},t)); rot\mathbf{U}(\mathbf{r},t) = -i[\mathbf{K}\mathbf{U}(\mathbf{r},t)];$$

$$rot(rot\mathbf{U}(\mathbf{r},t)) = |\mathbf{K}|^2 \cdot \mathbf{U}(\mathbf{r},t) - \mathbf{K} \cdot (\mathbf{K},\mathbf{U}(\mathbf{r},t)) = |\mathbf{K}|^2 \cdot [\mathbf{U}(\mathbf{r},t)]_K,$$

(1.80)

где $\left[\mathbf{U}(\mathbf{r},t)\right]_K$ - компонента вектора **U(r,*t*)**, перпендикулярная вектору **K**. Подставляя полученные выражения для χ**D** и **D**, а также только что приведенные теоремы из векторной алгебры в уравнение (1.70), получим

$$\begin{aligned} &-\left|\mathbf{K}_n\right|^2 \cdot \sum_n \mathbf{D}_\mathbf{n} \cdot e^{i\left[\omega t-(\mathbf{K_n},\mathbf{r})\right]} + \left(\frac{\omega}{c}\right)^2 \cdot \sum_n \mathbf{D}_n \cdot e^{i\left[\omega t-(\mathbf{K_n},\mathbf{r})\right]} = \\ &= -\left|\mathbf{K}_n\right|^2 \cdot \sum_H \chi_H \cdot e^{i(\mathbf{H},\mathbf{r})} \cdot \sum_n \mathbf{D}_n \cdot e^{i(\mathbf{K_n},\mathbf{r})} \end{aligned} \tag{1.81}$$

После несложных преобразований, исключая временную зависимость, уравнение будет иметь вид

$$\frac{\mathbf{K_n}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_n}^2} \cdot \sum_n \mathbf{D_n} \cdot e^{i(\mathbf{K_n},\mathbf{r})} = \sum_m \sum_n \chi_{m-n} \cdot \mathbf{D_n} \cdot e^{-i(\mathbf{K_n},\mathbf{r})} \tag{1.82}$$

Условием для выполнения этого равенства является тождественное равенство коэффициентов при соответствующих экспонентах, т.е.

$$\frac{\mathbf{K_n}^2 - \mathbf{k}^2}{\mathbf{K_n}^2} \cdot \mathbf{D_n} = \sum_m \chi_{n-m} \cdot (\mathbf{D_m})_\mathbf{n} \tag{1.83}$$

Это и есть система дисперсионных уравнений связывающая волновые вектора и их амплитуды.

1.5. ЛИТЕРАТУРА

1 . Дж.Каули, Физика дифракции, Москва, Мир, 1976, с.432
2. А.А.Харкевич, Спектры и анализ, Москва, ГИ Физ.Мат.Лит.1962, с.234
3. Г.Пейн Физика колебаний и волн, Москва, Мир, 1979, с.390
4. Azaroff L.V. X-ray Diffraction, 1974, McGraw-Hill Book Company, New York, p.665
5. 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.
1 1 . Я.С.Уманский, Рентгенография металлов, Москва, Металлургия, 1967, с.236
12. 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
15. Batterman B.W., Cole H. Dynamical Diffraction of X-ray by Perfect Crystals, Rev.Mod.Phys., 1964, 36, 3, 681-717
16. James R.W. The Dynamical Theory of X-ray Diffraction, Solid Stat.Phys., 1963, 15, 55-220
17. M.Hart, Bragg reflection X-ray optics, Report on Progress in Physics 34, 5, 435-^90, (1971)
18. N.Kato Dynamical Theory of Electron Diffraction for a Finite Polyhedral Crystal, I.Fraunhofer Formula, J.Phys.Soc.Japan, 1951, 7, 406^414
19. N.Kato, R.Uyeda Dynamical Theory of Electron Diffraction for a Finite Poly hedral Crystal, ll.Comparision with the Results of Kinematical Theory, Acta Cryst., 1951,4, 229-231
20. N.Kato Dynamical Theory of Electron Diffraction for *a* Finite Polyhedral Crystal, III.Fresnel Diffracton Formula, J.Phys.Soc.Japan, 1953, 8, 350-359
21. P.P.Ewald The Origin of the Dynamical Theory of X-ray Diffraction, J.Phys.Soc.Japan, suppl.B-ll, 1962, 17, 48-52
22. P.P.Ewald Crystal Optics for Visible Light and X-ray Diffraction, Rev.Mod.Phys., 1956, 37, 46-56
23. N.Kato Wave-Optical Theory of Diffraction in Single Crystal, in G.N.Ramachanran (ed), Crystallography and Crystal Perfection, pp.153-173, Academic Press, Inc., New York, 1963
24. П.Хирш, А.Хови, Р.Николсон, Д.Пэшли, М.Уэлан Электронная микроскопия тонких кристаллов, Москва, МИР, 1968
25. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении, под редакцией С.Амелинкса, 1984, с.502 Москва, Металлургия, 1989, с.502
26. P.Pening, D. Polder, Anomalous Transmission of X-ray in Elastically Deformed

Crystals, Philips.Res.Rep.16, 419-440, (1961)
27. S.Takagi, Dynamical Theory of Diffraction Application to Crystals with Any Kind of Small Distortion, Acta Cryst, 15, 1311-1312, (1962);
28. S.Takagi, A Dynamical Theory of Diffraction for a Distorted Crystal, J.Phys.Soc.Japan.27, 1239-1253, (1969)
29. N.Kato, Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. I.Fermat's N.Kato, Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. I.Fermat's Principle for Bloch Waves, J.Phys.Soc.Japan.12, 1.1785-1791, (1963);
30. N.Kato, Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. II.Application to Two-beam Cases, J.Phys.Soc.Japan.19, 67-77, (1964);
31. N.Kato, Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. III.Application to Homo geneously Bent Crystals, J.Phys.Soc.Japan.19, 971-985, (1964)
32. D.Taupen, Prevision de Quelques Images de Dislocations Par Transmission des Rayons X (Cas de Laue Symetrique), Acta Cryst, 23, 25-35, (1967);
33. D.Taupen, Theorie Dynamiquede la Diffraction des Rayons X par les Cristaux Deformes, Bull.Soc.Franc.Mineral.Crist., 87, 469-511, (1964)
34. F.N.Chukhovskii, A.A.Shtolberg, On the Dynamical Theory of X-ray Images of Real Crystals, Phys.Stat.Sol.41, 815-825, (1970)
35. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуковский, Пробпема изображения в рентгеновской оптике, УФН, 107, 2, 2292265, (1972)
36. В.Л.Инденбом, В.М.Каганер, Дифракционная нейтронная оптика, Металлофизика, 1,1, 17-32, (1979)
37. R.de Wit, Some Relations for Straight Dislocations, Phys.Stat.Sol. 20, 567, 1967
38. Л.И.Миркин, Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов, ГИ Физ.-Мат.Лит., Москва, 1961
39. С.С.Горелик, Л.Н.Расторгуев, Ю.А.Скаков, Рентгенографический и электронооптический анализ, Издательство Металлургия, Москва, 1990
40. International Tables forX-Ray Crystallography, vol.1-4, Birmingam, IDC, 1980

ГЛАВА 2

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

2.1. ВВЕДЕНИЕ

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

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

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

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

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

Второе положение заключается в едином подходе к учету влияния дефектов на параметры рассеяния, как для тепловых колебаний решетки, так и для статистически распределенных дефектов в кристалле путем введения статического фактора Дебая -Валлера e^{-L}. Как показывают соответствующие оценки, для дефектов, принадлежащих к первой группе $L<<1$, и наоборот $L>>1$

- для дефектов второй группы. Эти результаты обобщены на случай динамического рассеяния в работе [15].

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

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

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

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

В работах [12-19] было установлено, что дефекты в кристаллической решетке приводят к следующим изменениям в формулах для динамического рассеяния рентгеновского излучения: во-первых, могут изменяться величины параметров решетки, во-вторых, коэффициенты Фурье поляризуемости должны быть заменены на величину $\chi_H \cdot e^{-L}$, где L статический фактор Дебая-Валлера, описывающий отклонения кристаллической решетки от идеальной, и наконец коэффициенты поглощения μ_0 и μ_H заменяются соответственно на $\mu_0 \to \tilde{\mu}_0 = \mu_0 + \mu_{ds}(\theta)$ и $\mu_H \to \tilde{\mu}_H = \mu_H \cdot e^{-L}$ и, следовательно, эффективный интерференционный коэффициент поглощения будет равен

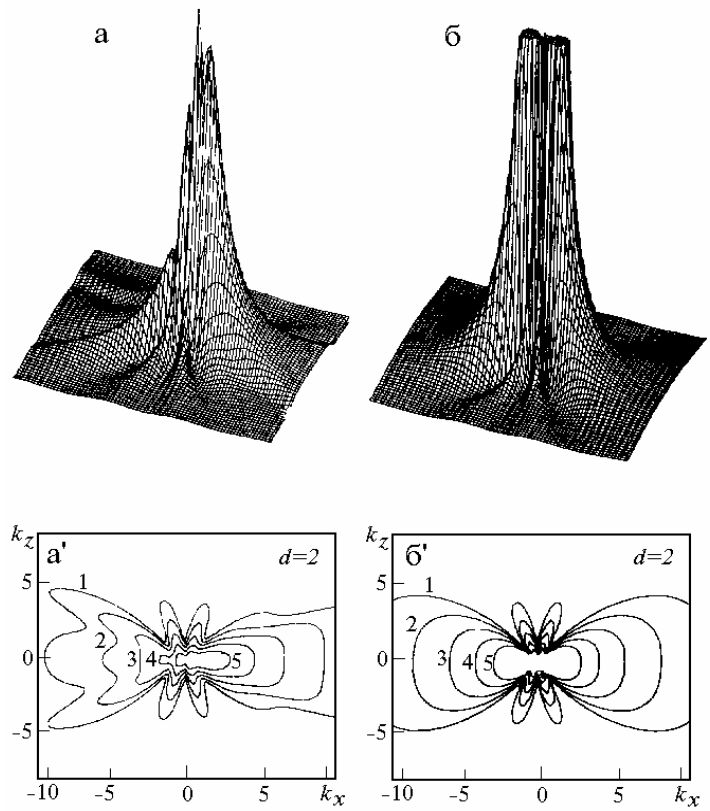
$$\tilde{\mu}_i(\theta) = \tilde{\mu}_0(\theta) - \tilde{\mu}_H = \mu_0 + \mu_{ds}(\theta) - \mu_H \cdot e^{-L} \qquad (2.1)$$

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

2.2.1. ДИФФУЗНОЕ РАССЕЯНИЕ НА КРИСТАЛЛАХ С ДЕФЕКТАМИ

Диффузное рассеяние в рамках кинематической, а затем и динамической задач впервые было рассмотрено С.Такаги [5]. Им были получены выражения для интенсивности диффузного рассеяния электронов на тепловых колебаниях решетки в приближении однофононного рассеяния. В расчетах учитывалось когерентное взаимодействие проходящей и дифрагированных волн. Наиболее полное рассмотрение теплового диффузного рассеяния рентгеновских лучей с учетом поглощения выполнено в работах [6,7].

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



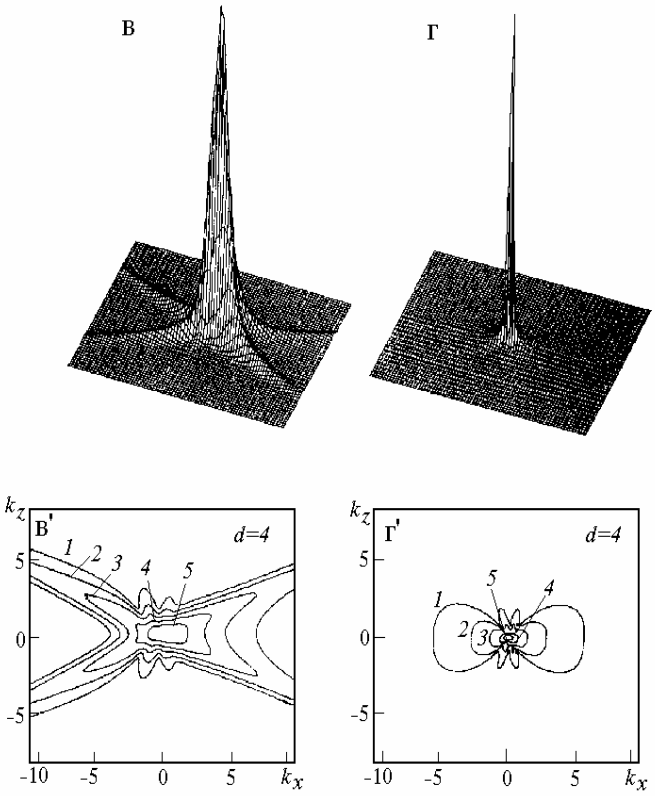


Рис.2.1. Распределение интенсивности диффузного рассеяния рентгеновских лучей в окрестности узла обратной решетки в плоскости рассеяния при симметричной Лауэ-дифракции в монокристалле Ge, содержащем сферические кластеры малого радиуса (R_{def}<<Λ), (отражение (220), излучение CuK_{α}, (k_x,k_y) измеряются в единицах $2\pi/\lambda$,). а,б - для толщины μt=1.3; в,г - для толщины μt=6,7; а, в - распределение, рассчитанное по динамической теории; б, г, - кинематическое приближение.

Более полную информацию о типе дефектов можно получить при изучении диффузного

рассеяния в пространстве обратной решетки в рамках динамического приближения [14-16]. Для этого необходимо иметь или соответствующие программы расчета изодиффузных линий различного рода дефектов на ЭВМ, или заранее подготовленный атлас рассчитанных распределений интенсивности диффузного рассеяния для возможно большего числа различных типичных дефектов. Как показали исследования последних лет, каждому типу дефектов присущи характерные узоры изодиффузных поверхностей вблизи различных узлов обратной решетки. Сопоставление экспериментально найденных распределений диффузного рассеяния с вычисленными позволяет сравнительно надежно определять тип и параметры дефектов кристаллической решетки. Как уже отмечалось выше, этот метод первоначально был развит в рамках кинематического приближения в работах А.М.Кривоглаза [12,13], однако позже появились работы [14-19], в которых были получены аналитические выражения для распределения интенсивности диффузного рассеяния в динамическом случае для различного типа дефектов. На рис.2.1 в качестве примера приведены узоры изодиффузных линий, рассчитанные как в рамках динамической задачи так и в кинематическом случае для кристаллов, содержащих дефекты типа кластеров, размеры которых существенно меньше экстинкционной длины [17]. Следует подчеркнуть, что экспериментальные измерения диффузного рассеяния весьма трудоемкая задача, однако в целом ряде случаев это практически единственный способ надежного определения типа дефектов, равномерно распределенных в кристалле.

2.2.2. ИНТЕГРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В КРИСТАЛЛАХ С ДЕФЕКТАМИ

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

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

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

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

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

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

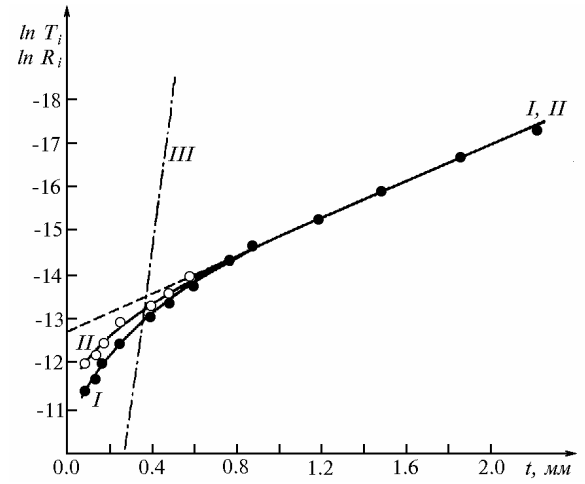


Рис.2.2.Зависимость логарифма интегральных коэффициентов прохождения (кривая I) и отражения (кривая II) в зависимости от толщины монокристалла германия с плотностью дислокаций $1\cdot10^2$см$^{-2}$. Кривая III соответствует нормальному фотоэлектрическому поглощению.

Однако, как уже отмечалось выше, в этом случае необходимо иметь в виду, что интерференционный коэффициент поглощения состоит из двух частей - фотоэлектрического поглощения и компоненты, связанной с диффузным рассеянием $\mu_i = \mu_{Ph} + \mu_{ds}$. Фотоэлектрическая часть поглощения связана согласно [9-11] со статическим фактором Дебая-Валлера следующим соотношением

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

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

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

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

Для дислокационных петель статический фактор Дебая-Валлера определяется формулой

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

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

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

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

для петель:

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

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

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

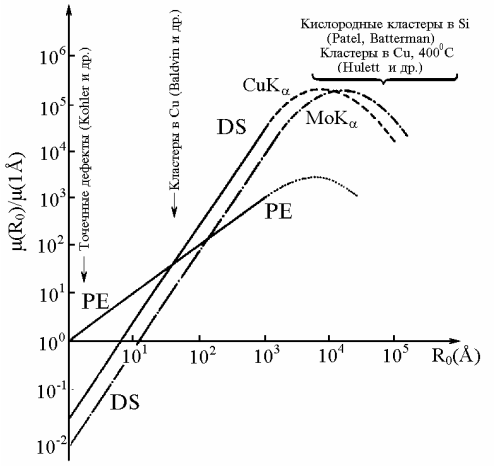


Рис.2.3. Компоненты интерференционного поглощения рентгеновских лучей, образующиеся за счет фотоэлектрического (PE) и диффузного (DS) механизмов рассеяния, в зависимости от размеров дефектов для двух длин волн (CuKα, MoKα).

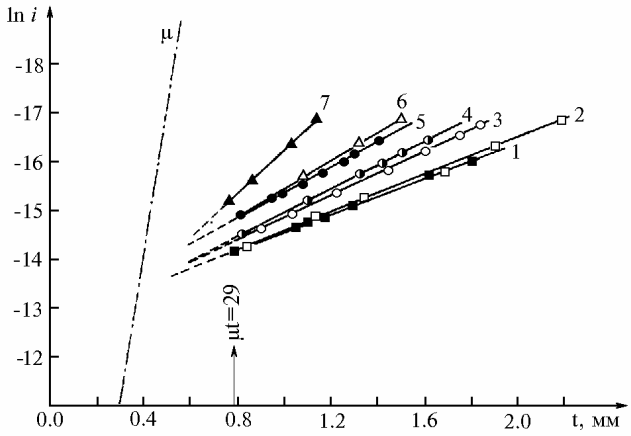


Рис.2.4. Зависимости логарифма интегральной интенсивности АПРЛ от толщины (в области приближения толстого кристалла) для различных плотностей дислокаций. μ - нормальный фотоэлектрический коэффициент поглощения, равный для монокристаллов германия 369,6см$^{-1}$. Кривые соответствуют: 1-n_d=3·10^{2}см$^{-2}$,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

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

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

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

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

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

где $A=\mu_{ie1}-\mu_{ie2}$, $B = \frac{1}{2}ln\left(\frac{\varepsilon_{01}\mu_{01}\lambda_1}{\varepsilon_{02}\mu_{02}\lambda_2}\right)$, $\varepsilon_{01} = \left|\frac{\chi_{ih1}}{\chi_{i01}}\right|, \varepsilon_{02} = \left|\frac{\chi_{ih2}}{\chi_{i02}}\right|$. Тогда прирост интерференционного коэффициента поглощения, связанного с наличием дефектов, будет определяться соотношением

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

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

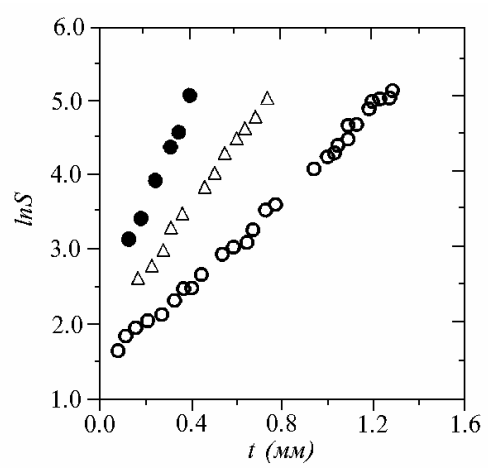


Рис.2.5. Влияние дислокаций на толщинные зависимости скачков интенсивности вблизи края поглощения в кристаллах германия при различных плотностях дислокаций. ***1***-$n_d=2.6\cdot10^5$ *см*$^{-2}$; ***2***-$n_d=2.5\cdot10^4$ *см*$^{-2}$; ***3***-$n_d=0$ *см*$^{-2}$.

2.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНОГО СОВЕРШЕНСТВА КРИСТАЛЛОВ

Экспериментальные исследования параметров дифракционной картины, в особенности значений интенсивностей дифракционных максимумов, измерения профилей дифракционных пиков (кривых качания), определение распределения интенсивности диффузного фона в абсолютных электронных единицах представляются сложной задачей. Это связано, во-первых, с тем, что падающая волна (исходный рентгеновский пучок) не является плоской волной и имеет конечную расходимость $\Delta\alpha$ и спектральную ширину $\Delta\lambda$, во-вторых, любой измерительный прибор будет вносить 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

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

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.

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

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

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

Простейшая схема двухкристального спектрометра основана на комбинации двух кристаллов, находящихся в симметричном Брегговском положении. Схема такого спектрометра показана на рис.2.6. Первый кристалл *A* настраивается в точное брегговское отражение и является неподвижным кристаллом-монохроматором. Второй кристалл *B* может поворачиваться вокруг

оси, перпендикулярной плоскости рисунка в некотором интервале углов, что позволяет регистрировать кривую отражения этого кристалла.

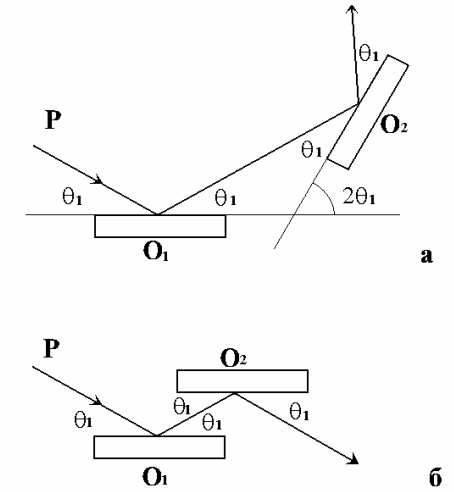


Рис.2.6. Принципиальная схема двухкристального спектрометра. а)- антипараллельное расположение (1,1); б)- параллельное расположение кристаллов (1,-1).

Предположим, что отражающие плоскости кристаллов совпадают с поверхностями кристаллов (на рисунке они заштрихованы). Пусть на кристалл *A,* находящийся в брегговском положении, падает пучок рентгеновских лучей PO_1 под углом θ_1, при этом отраженный луч O_1O_2 попадает на кристалл *B*. Если отражающая поверхность кристалла *B* параллельна соответствующей плоскости кристалла *A*, то кристалл *B* также будет находиться в отражающем положении. Из рисунка ясно, что возможно два различных положения кристалла *B* (рис.2.5.а,б). Легко видеть, что эти положения отличаются величиной угла между нормалями к отражающим плоскостям кристаллов. Если в первом случае угол между нормалями равен $2\theta_1$, то во втором - он составляет 180^0. Обычно они обозначаются *(1,1)* в первом случае и *(1,-1)* - во втором. Если кристаллы имеют разные порядки отражений, используется более общее обозначение *(m,n)* и *(m,-n)* соответственно. Эти два положения кристаллов имеют существенно различные свойства. Поэтому рассмотрим принцип работы этой схемы несколько более подробно.

Рассмотрим параллельную схему *(1,-1)* расположения кристаллов. Отклоним кристалл *B* от этого положения на угол β, как показано на рис.2.7. Будем считать такое направление отклонения (против часовой стрелки) положительным. Тогда отраженный от первого кристалла пучок O_1O_2 будет падать на кристалл *B* под углом θ_1-β. Для анализа работы схемы представляет интерес посмотреть, как будет меняться интенсивность, отраженная вторым кристаллом, в зависимости от угла поворота β. При этом необходимо иметь в виду, что первоначальный пучок имеет конечную расходимость и конечную спектральную ширину. Для упрощения разделим влияние этих двух факторов.

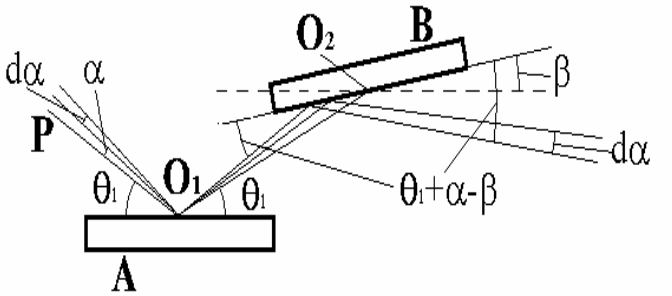


Рис.2.7.Схема отклонения лучей в двухкристальном (1,-1) спектрометре.

Первоначально рассмотрим монохроматический пучок рентгеновских лучей с длиной волны λ и расходимостью α в плоскости рисунка. Будем также считать, что расходимость в перпендикулярном направлении равна нулю. Положим, что распределение интенсивности в падающем пучке задается функцией $I_0(\alpha)$, тогда интегральная интенсивность пучка шириной $d\alpha$ будет равна $I_0(\alpha)d\alpha$. При отражении от первого кристалла возникнет пучок O_1O_2 с интенсивностью $I_0(\alpha)R_A(\alpha)d\alpha$. Тогда пучок, отраженный от второго кристалла будет иметь интенсивность $I_0(\alpha)R_A(\alpha)R_B(\alpha\text{-}\beta)d\alpha$. Полная интенсивность, отраженная от второго кристалла может быть получена интегрированием этого выражения по всему интервалу расходимости первичного пучка

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

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

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

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

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

Аналогичным образом может быть представлена интенсивность, отраженная первым кристаллом

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

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

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

Теперь несколько расширим задачу. Пусть на кристалл *A* падает пучок рентгеновского излучения, содержащий две длины волны λ_1 и $\lambda_1+\Delta\lambda$ с углами дифракции θ_1 и $\theta_1+\Delta\theta$. Если расходимость падающего пучка α больше угловой спектральной ширины $\Delta\theta$, обе длины волны будут одновременно отражаться кристаллом *A* (см.рис.2.8). Отраженные кристаллом *A* лучи падают на кристалл *B* под такими же углами. При повороте кристалла *B,* проходя точно параллельное положение, он также одновременно как и кристалл *A* отразит обе длины волны. Причем, если ширина щели регистрирующего устройства больше угловой спектральной ширины пучка, измеряемая кривая отражения будет иметь ту же форму, что и для монохроматической волны. Этот вывод останется в силе и для непрерывного спектра с шириной $\Delta\lambda$ при условии, если $\Delta\theta<\alpha$.

Отсюда следует чрезвычайно важный вывод о том, что в схеме *(1,-1)* дисперсия равна нулю, и, следовательно, ограниченный спектральный интервал падающего пучка не будет влиять на измеряемую кривую отражения второго кристалла. Поэтому двухкристальные схемы с геометрией (1,-1) обычно применяются для изучения параметров кривых отражения кристаллов.

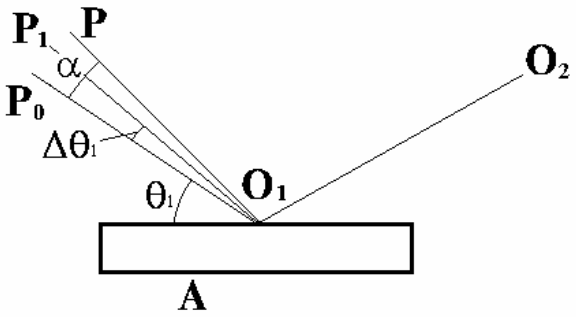


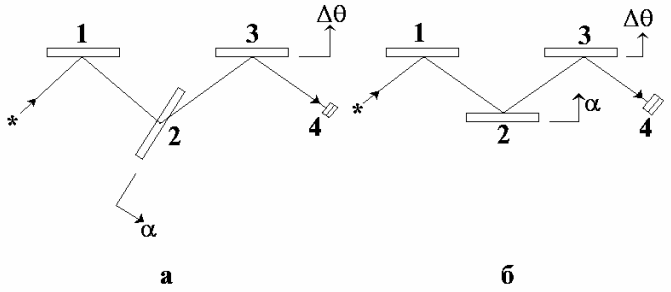
Рис.2.8.Схема расположения пучков при отражении двух длин волн от первого кристалла. Лучи P_0 и P_1 соответствуют длинам волн λ_1 и $\lambda_1+\Delta\lambda$. Угол α определяет угловую расходимость падающего пучка.

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

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

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

Рис.2.9. Схемы трехкристальных дифрактометров. а)-геометрия Лауэ; б)-геометрия



Брэгга. 1-кристалл-монохроматор; 2-кристалл-образец; 3-кристалл-анализатор; 4-детектор рентгеновского излучения.

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

В последние 10-15 лет в связи с интенсивным развитием динамической теории дифракции рентгеновских лучей и многочисленными экспериментальными исследованиями открылись новые возможности получения хорошо коллимированных монохроматических пучков с почти плоским фронтом. Здесь следует в первую очередь отметить безщелевой коллиматор-монохроматор, предложенный У.Бонзе и М.Хартом [42-44], основанный на многократных брегговских отражениях пучка лучей от боковых стенок щели, пропиленной внутри кристаллического блока высокого совершенства вдоль определенного направления, как это показано на рис.2.10.а. По данным, приведенным в работах [44-46], устройства подобного рода позволяют получать монохроматизацию $\Delta\lambda/\lambda\approx 1\cdot 10^{-5}$ при угловой ширине пучка в несколько угловых секунд.

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

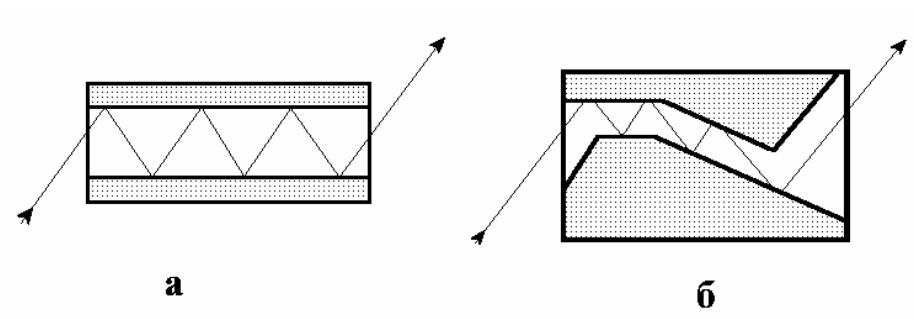


Рис.10. Рентгенооптические схемы монокристаллических коллиматоров-монохроматоров. а)-щелевой монохроматор ; б)-монохроматор-коллиматор.

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

2.4. ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

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

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

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

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

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

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

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

2.5. ЛИТЕРАТУРА

1. Wood W.A.
Lattice Distortion of Cold-Drawn Constant Wire,
Proc.Phys.Soc.1932,44,1,67-75

2. Wilson J.E.,Thomassen L.
X-ray Line Broadness of Metals and Alloys and its Relation to High Temperature Stability,
Trans.American Soc.Met.1934,22,9,769-809

3. Konobeevsky S.T.,Mirer L.L.
X-ray Determination of Elastic Tension in Bent Crystals
Z.Kist.1932,81,2,69-91

4. Stokes A.R.,Wilson A.J.
The Diffraction of X-rays by Distorted Crystal Agregates,
Proc.Phys.Soc.1944,56,5,174-181

5. 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

6. Afanasev A.M.,Kagan Yu.M.
The Role Lattice Vibration in Dynamic Theory of X-ray,
Acta Cryst.,A.1968,24,1,163-175

7. Afanasev A.M.,Kagan Yu.M.,Chukhovskii F.N.
Dynamic Treatment of the Diffuse Scattering of X-ray,
Phys.Stat.Sol.1968,28,1,287-294

8. Dederichs P.H.
Dynamic Scattering Theory for Crystals With Point Defects,
Phys.Stat. Sol.,1967,23,1,377-386

9. Dederichs P.H.
Effect of Defect Clustering on Anomalous X-ray Transmission,
Phys.Rev.B,1970,1,4,1306-1317

10. Dederichs P.H.
Dynamic diffraction theory by optical potential methods,
Phys.Stat. Sol.,1972,27,135-136

11. Pening P.,Polder D.
Anomalous Transmission of X-ray in Elastically Deformed Crystals,
Phil.Res.Rep.,1961,16,5,419-440

12. Кривоглаз М.А.
Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов в неидеальных кристаллах,
Наука, Москва,1967,336с.

13. Кривоглаз М.А.
Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах,
Наукова думка,Киев,1983,407с.

14. Тихонова Е.А.
Основные уравнения динамической теории рассеяния рентгеновских лучей для несовершенных кристаллов,
ФТТ,1967,9,2,516-525

15. Молодкин В.Б.
Классификация дефектов кристалла по их влиянию на дифракцию излучений в рамках динамической теории рассеяния,
Металлофизика,1980,2,1,3-24

16. Даценко Л.И.,Молодкин В.Б.,Осиновский М.Е.

Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами,
Наукова думка,Киев,1988,196с.

17. Журавлёв Б.Ф.,Молодкин В.Б.,Олиховский С.И.,Осиновский М.Е.
Динамическая теория диффузного рассеяния рентгеновских лучей в кристаллах с микродефектами (Лауэ-дифракция),
Металлофизика,1985,7,5,24-30

18. 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

19. 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

20. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н.
Влияние нарушений периодичности на эффект аномального прохождения рентгеновских лучей,
ФТТ,1962,4,9,2397-2410

21. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н.
Влияние плотности дислокаций на эффект АПРЛ в гермении,
ФТТ,1962,4,10,2908-2916

22. Ефимов О.Н.
Интегральные характеристики аномального прохождения рентгеновских лучей для кристаллов германия с лислокациями,
ФТТ,1962,5,5,1466-1476

23. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н.
Влияние примесей на АПРЛ в германии,
ФТТ,1963,5,7,1869-1879

24. Елистратов А.М.,Ефимов О.Н.
Влияние нарушений, возникающих при распаде пересыщенных твердых растворов никеля и меди в германии, на АПРЛ,
ФТТ,1063,5,8,2116-2127

25. Елистратов А.М.,Даценко Л.И.
Влияние вакансий и их коагуляции на АПРЛ,
ФТТ,1966,8,3,809-815

26. Efimov O.N.,Kov'ev
Integral characteristics of anomalous transmission of X-rays,
Phys.Stat.Sol.1966,17,1,397-410

27. Efimov O.N.
Contribution of Thermal Vibrations to the Anomalous Transmission of X-rays,
Phys.Stat.Sol.1967,22,2,297-308

28. Скороход М.Я.,Даценко Л.И.,Гуреев А.Н.,Васильковский А.С.
Исследование совершенства кристаллов однокристальным спектрометром в случае Лауэ дифракции,
УФЖ,1970,15,5,789-797

29. Gureev A.N.,Gudzenko G.I.,Datsenko L.I.,Molodkin V.B.
The X-ray Laue Diffraction Near the Absorption K-edges of the GaAs Lattice Atoms
Phys.Stat.Sol.(a)1973,19,1,319-330

30. Скороход М..Я.,Гуреев Ф.Н.,Даценко Л.И.,Бабич И.М.
Изучение структурных искажений, образующихся при распаде твердого раствора мышьяка в германии, и их влияние на динамическое рассеяние рентгеновских лучей
УФЖ,1973,18,11,1860-1867

31. Datsenko L.I.,Gureev A.N.,Starchik M.L.
Dynamic Scattering of X-ray in GaAs Crystals Containing Dislocation Loops

Phys.Stat.Sol.(a)1975,32,2,549-556

32. Renninger M.
The Asymmetric Bragg Reflection and its Application in Double Diffractometry
Advanced in X-ray Analisis,1967,10,32-41

33. Authier A.
Etude de la Transmission Anomale des Rayons X-jans des cristaux de silicium
Bull.Sos.France Miner.Criest,1961,84,151-89

34. Bubakova R.
Exact Adjustment of Monocrystals on Many Crystal X-ray Equipment
Czech.J.Phys.,1962,9,695-702

35. Korha K.,Kikuta S.,Annaka S.,Nakano S.
Study on Temperature Effect on X-ray Diffraction Curves From Single Crystals by a Triple-Crystal Spectrometer
J.Phys.Soc.Japan,1966,21,8,1565-1572

36. Korha K.,Kikuta S.
A Method of Obtaining an extremely parallel X-ray Beam by Successive Asymmetric Diffraction's and its Applications
Acta Cryst.,1968,A24,200-205

37. Ковальчук М.В.,Ковьев Э.К.,Пинскер З.Г.
Рентгеновский трехкристальный спектрометр и прецизионное определение Δd/d
Кристаллография,1975,20,1,142-148

38. Du-Mond J.
There of Use of More Than Two Successive X-ray Crystal Reflections to Obtain Increased Resolving Power
Phys.Rev.,1937,52,8,872-883

39. Reninger M.
Asymmetrische Bragg-Reflexion am Idealkristall zur Erhohung des Doppelspektrometer-Auflosungvermogens
Z.Naturforsch.,1961,169,1110-1111

40. Fingerland A.
Das Dreikristalldifraktometer-eine Einleitung zur Theorie. -In:Dynamische Interferenz-Theorie.
Leipzig:Acad.Verl.,1976,p.162-164

41. Godwod K.J.
Das Dreikristalldifraktometer-eine Einleitung zur Theorie. -In:Dynamische Interferenz-Theorie.
Leipzig:Acad.Verl.,1976,p.165-180

42. Bonze U.,Hart M.
An X-ray Interferometer
Appl.Phys.Lett.,1965,6,8,155-156; Appl.Phys.Lett.,1965,7,99-100

43. Bonze U.,Hart M.
Tallies X-ray Single-Crystal Reflection Curves Obtained by Multiple Reflection,
Appl.Phys.Lett.,1965,7,239-240
44.Hart.M.
High Precision Lattice Parameter Measurements by Multiple Bragg Reflection Diffractometry,
Proc.Roy.Soc.,(1969),A309,281-296

45. Hart M.
Bragg Reflection X-ray Optics,
Reports on Progress in Physics (1971),34,5,435-490

46. Azaroff L.V.
X-ray Diffraction,
1974,McGraw-Hill Book Company,New York,p.665

47. Kohra K.
An Application of Asymmetric Reflection for Obtained X-ray Beams of Extremely Narrow Angular Spread
J.Phys.Soc.Japan,1962,17,589-590

48. Kikuta S.,Kohra K.
X-ray Collimators Using Successive Asymmetric Diffraction sand Their Applications To Measurements of Diffraction Curves. *1.General Considerations on Collimators*,
J.Phys.Soc.Japan,1970,29,1322-1328

49. Kikuta S.
X-ray Collimators Using Successive Asymmetric Diffraction sand Their Applications To Measurements of Diffraction Curves. *2.Type 1 Collimator*,
J.Phys.Soc.Japan,1971,30,222-227

50. Гуреев А.Н.,Гудзенко Г.И.,Даценко Л.И.,Молодкин В.Б.
Лауэ-дифракция рентгеновских лучй вблизи К-края поглощения атомами решетки GaAs,
Phys.Stat.Sol.(a)1973,19,319-380

51. Даценко Л.И.,Гуреев А.Н.,Старчик М.И.
Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах арсенида галлия, содержащих дислокационные петли,
Phys.Stat.Sol.(a)1975,32,2,549-556

52. Даценко Л.И.,Николаева Л.Г.,Старчик М.И.,Шматко Т.Г.
Влияние радиационных повреждений на распад пересыщенного твердого раствора мышьяка в германии,
ФТТ,1976,9,1080-1084

53. Гуреев А.Н.,Кладько В.П.,Даценко Л.И.,Скороход М.Я.
Исследование типа доминирующих микродефектов в "бездислокационном" теллуриде кадмия,
УФЖ,1986,31,1,101-104

54. Шейхет Э.Г.,Даценко Л.И.
Дефекты в монокристаллах сильно легированного германия, возникающие при термообработке,
УФЖ,1968,13,2008-2012

55. Скороход М..Я.,Даценко Л.И.
Дислокационная структура пластически деформированного Ge и её изменение при отжиге,
Металлофизика,1968,24,205-214

56. Скороход М..Я.,Даценко Л.И.
Влияние дислокаций на интерференционное прохождение рентгеновских лучей вблизи К-края поглощения Ge,
Phys.Stat.Sol.1968,30,231-236

57. Даценко Л.И.,Кисловский Е.Н.
Динамическое рассеяние рентгеновских лучей кристаллами Si, упруго изогнутыми односторонним окислением,
УФЖ,1977,22,3,513-515

58. Кисловский Е.Н.,Даценко Л.И.
Влияние упругой деформации на интенсивность рентгеновских лучей при дифракции в несимметричном случае Лауэ,
Phys.Stat.Sol.(a)1974,25,551-557

59. Даценко Л.И.,Кисловский Е.Н.
Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на упругих искажениях решетки вблизи К-края поглощения Ge,
УФЖ,1975,20,5,810-816

60. Ефимов О.Н.,Шейхет Э.Г.,Даценко Л.И.
Влияние примесных преципитатов на аномальное прохождение рентгеновских лучей в сильно легированных мышьяком кристаллах Ge,
Phys.Stat.Sol.1970,38,489-498

61. Байдаков В.В.,Василевская В.Н.,Даценко Л.И.,Скороход М.Я.,Суворова Л.Г.
Исследование взаимодействия примесей с дислокациями в сильно легированных кристаллах Ge,
УФЖ,1971,16,9,353-361

62. Даценко Л.И.
Нарушение закона Фриделя в упруго деформированных кристаллах,

Кристаллография,1976,21,783-793

63. Молодкин В.Б.,Кладько В.П.,Гуреев А.Н.,Гудзенко Г.И.,Даценко Л.И.
Изучение динамических искажений подрешеток In и Sb в антимониде индия при дифракции рентгеновских лучей вблизи К-краев поглощения компонентов,
Металлофизика,1984,6,5,103-106

64. Даценко Л.И.,Крыштаб Т.Г.,Кладько В.П.,Кисловский Е.Н.,Хрупа В.И.
Рентгенодифракционные исследования структурного совершенства сильно поглощающих кристаллов,
УФЖ,1984,29,5,743-747

65. Хрупа В.И.,Кисловский Е.Н.,Даценко Л.И.
Рассеяние рентгеновских лучей тонкими упруго деформированными кристаллами кремния, содержащими дислокационные петли,
Металлофизика,1980,2,4,55-60

66. Даценко Л.И.,Блецкан Н.И.,Березенко Л.Е.,Кисловский Е.Н.,Прокопенко И.Г.,
Веселкова А.А.
Изучение структурного совершенства сложного двойникового комплекса в кремнии,
Металлофизика,1974,53,50-55

ГЛАВА 3
РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

3.1 ВВЕДЕНИЕ

Среди неразрушающих методов исследования реальной структуры кристаллов особое место занимает рентгеновская дифракционная топография. Возможность исследования больших по толщине (*~10мм*) и по площади ($\sim 10^3$ мм^2) непрозрачных для оптического диапазона длин волн монокристаллов и изделий из них, высокая чувствительность к несовершенствам кристаллической решетки, позволяющая изучать границы блоков, микротрещины, дислокации, доменные границы, сегрегации примесей, обусловили широкое применение методов рентгеновской микроскопии в различных областях науки и техники [1-3].

В числе возможностей рентгеновской топографии - определение типа и пространственного расположения дислокаций в объёме кристалла по трансмиссионным топограммам, получаемым с двух взаимно перпендикулярных проекций. Наряду с дислокациями можно наблюдать дефекты упаковки, двойниковые границы, слои роста, обусловленные неоднородным распределением примесей в процессе выращивания кристалла, скопления точечных дефектов. Анализ погасаний контраста при отражении от плоскостей разных типов дает возможность устанавливать характер искажений кристаллической решетки.

Методами рентгеновской топографии можно изучать не только монокристаллы, но и изделия из них, например, монокристаллы с нанесённой на них топологией микросхемы на различных стадиях технологического процесса.

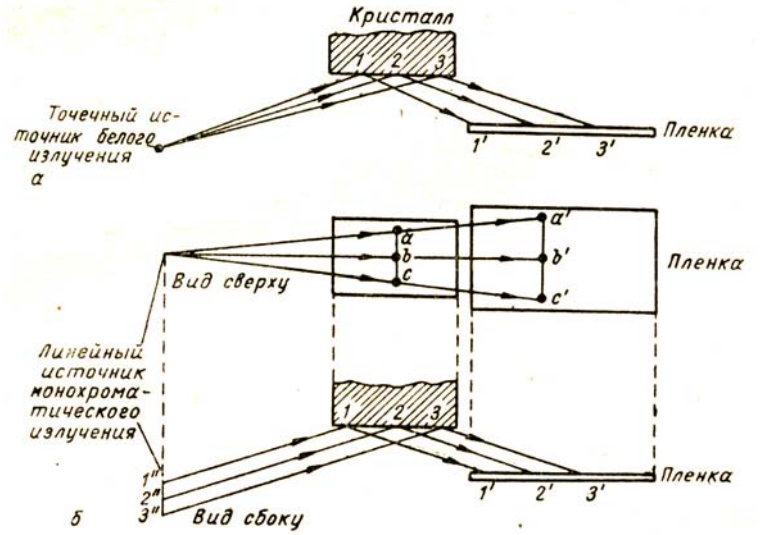
В последнее время топографические методы стали широко применяться для исследования доменной структуры ферромагнетиков и сегнетоэлектриков. Вместе с тем рентгеновской топографии, как и другим рентгенографическим методам, присущ определенный недостаток, а именно, большое время, необходимое для получения топограмм: в зависимости от метода исследования, параметров аппаратуры и характеристик образца оно может составлять от единиц до сотен часов. Ясно, что использование столь длительных методов исследования в условиях лабораторий и особенно промышленного производства ограничено. Повысить экспрессность методов можно двумя путями - повышением мощности источников рентгеновского излучения или использованием высокочувствительных устройств регистрации изображения и его непосредственной визуализации.

Другим существенным ограничением методов рентгеновской топографии является невысокое пространственное разрешение, составляющее величину порядка *1÷5мкм*.

3.2. МЕТОДЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ

3.2.1. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДОВ

Совокупность методов получения изображений дефектов в кристаллах при помощи дифракции рентгеновских лучей получила название рентгеновской топографии (РТ) или рентгеновской дифракционной микроскопии (РДМ). Во всех известных методах (РДМ) рентгеновский пучок, излучаемый источником *S*, направляют на кристалл *C* так, чтобы для всего кристалла или его части выполнялось условие Вульфа-Брегга. Возникающие при этом дифрагированные пучки (иногда и прошедший пучок) регистрируются на фотопластинку *P* (так называемая рентгеновская топограмма) [1-3].



Основы ренгеновской дифракционной топографии впервые были сформулированы Бергом примерно 1931 году. На рис.3.1 показана суть идеи Берга. Рассмотрим два случая. Если применяется точечный источник белого излучения рис.3.1а, каждая точка дифракционного пятна соответствует только одной точке на поверхности монокристалла. В случае если кристалл состоит из участков имеющих различную отражательную способность (связанную с ориентацией этих участков или с измененным коэффициентом отражения) на детекторе выявится контаст этих участков. Аналогичным образом образуется контраст и в случае линейного источника монохроматического излучения (см. рис.3.1б). Позднее идея Берга была развита и дополнена в работах Барретта, Ньюкирка, Шульца и др. Появилось множество рентгенооптичеких геометрий реализованных в разнообразных методах ретгеновской топографии (рентгеновской дифракционной микроскопии). Ниже кратко описаны некоторые методы получившие наибольшее распространение в практике физического материаловедения.

Наиболее существенное развитие идея Берга получила в рабртах Барретта. Он применил этот метод для исследования поверхности моно и поликристаллов в монохроматическом рентгеновском излучени. Монокристаллы устанавливаются в отражающее положение. Метод позволяет получать общее представление о степени совершенства кристаллов, могут быть определены размеры и форма зерен, углы разориентаций, предварительные сведения о дислокационной структуре.

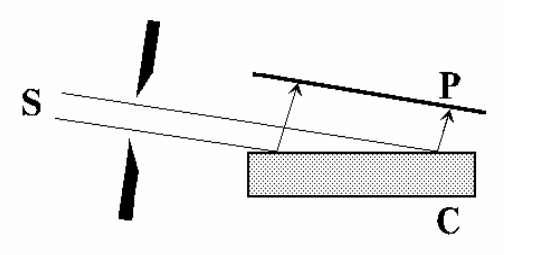
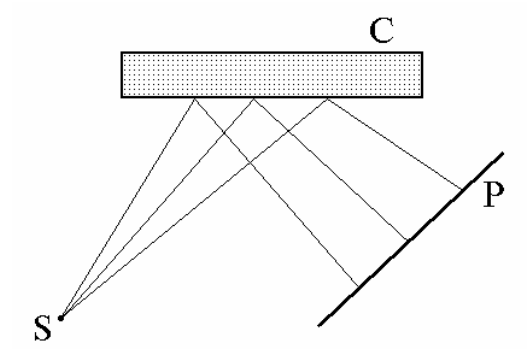
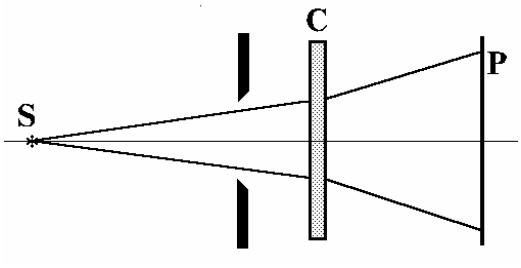


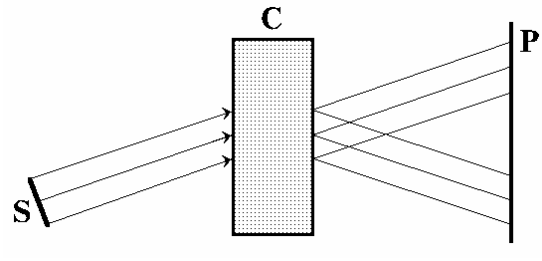
Рис.3.2. Схемы съемки рентгеновских топограмм; S - источник рентгеновского излучения, C - исследуемый кристалл, P - фотопластинка. а) - по методу Берга-Баррета [3,4]. *Съемка проводится в монохроматическом излучении. Рентгеновский пучок падает на кристалл под скользящим (1-5 градусов) углом,* $l_{cp} \approx 0.5 \div 2$мм. *Используется для наблюдения дефектов в тонких приповерхностных слоях кристаллов.*



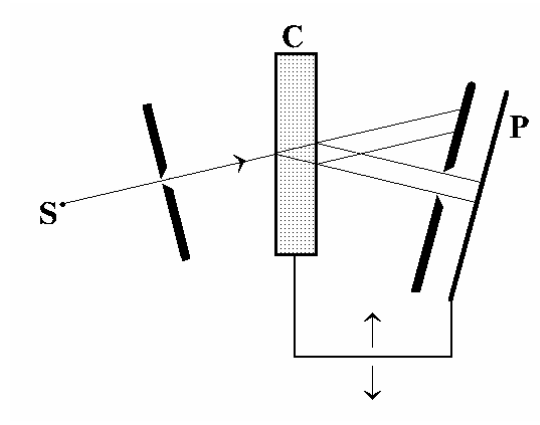
б) - по методу Шульца [2]. *Используется точечный источник, съемка в белом излучении, в работе Шульца* $l_{sc} \approx l_{cp} \approx 150$ *мм. Применяется для исследования блочных кристаллов. Повороты блоков приводят к смещению их изображений на фотопластинке, что позволяет вычислить углы поворота.*



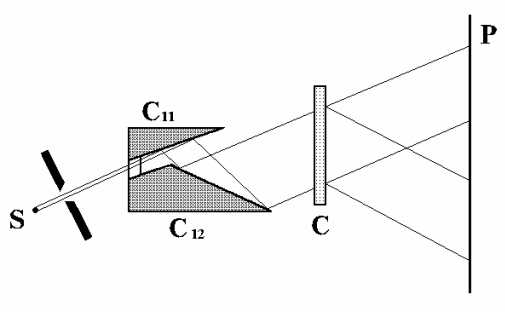
в) - по методу Фудживара [2]. *Микрофокусный источник, белое излучение, съемки проводятся одновременно в дифрагированных пучках, отраженных от разных семейств атомных плоскостей. Схема Фудживара аналогична схеме съемки лауэграмм, но используется расходящийся пучок большой площади, и изучается распределение интенсивности (изображение) в каждом дифрагированном пучке. Применяется для наблюдения блоков в монокристаллах. Аналогичная схема применяется для съемки высокосовершенных монокристаллов на синхротронном излучении в хорошо коллимированном белом пучке (см.рис.3.3). В этом случае область применимости - как и в методе Ланга.*



г) - по методу Бормана [1-3]. *Метод основан на эффекте Бормана (см. аномальное прохождение), который заключается в уменьшении на два порядка коэффициента поглощения для волны, попавшей в точное брегговское положение в высокосовершенном монокристалле. Все остальное излучение поглощается. Для пучков, прошедших вблизи дефектов, поглощение частично восстанавливается, что приводит к появлению изображений этих дефектов на фотопластинке в виде светлых областей.*



д) - по методу Ланга [5]. *Используется микрофокусный источник; падающий на кристалл пучок коллимируется щелью так, чтобы условие Брегга выполнялось для характеристического излучения* K_{α_1} *и не выполнялось для* K_{α_2}. *Для получения изображения дефектов, расположенных по всей площади монокристалла, его и фотопластинку синхронно сканируют со скоростью нескольких мм/мин. Применяется для наблюдения дефектов в высокосовершенных монокристаллах, в основном полупроводников. Примеры топограмм см. на рис.3-6.*



е) - по методу плосковолновой топографии. Схема является развитием метода двухкристальной топографии, предложенного в [6-8]. *Источник и коллимирующая щель - как в методе Ланга. Отражение пучка от кристаллов* C_1 *и* C_2 *используется для получения высоко коллимированной волны (с расходимостью 0,1-0,01 угловой секунды) с широким фронтом, которая используется для освещения исследуемого кристалла С. Для повышения стабильности рентгенооптической схемы кристаллы* C_1 *и* C_2 *вырезают из одного монокристалла, сохраняя между ними тонкую перемычку. Эту перемычку слегка изгибают (на несколько угловых секунд) для компенсации преломления рентгеновской волны на кристалле* C_1. *Кристалл С удерживает в течение съемки (десятки часов) на склоне брегговского пика отражения (на склоне кривой качания) при помощи системы стабилизации, следящей за уровнем интенсивности дифрагированного пучка. Применяется для наблюдения дефектов с особо слабыми полями искажений, не выявляющимися при помощи метода Ланга - так называемых микродефектов (кластеров, дислокационных микропетель размером 1мкм и т.д.).*

3.2.2. КЛАССИФИКАЦИЯ ТИПОВ КОНТРАСТА

Процесс дифракции рентгеновской волны в искаженном дефектами кристалле рассматривается в различных приближениях кинематической и динамической теорий рассеяния рентгеновских лучей. В обоих случаях влияние искажений решетки на дифракцию описывается параметром локального отклонения отражающих плоскостей решетки от точного брегговского положения $ctg\theta \cdot \frac{\delta d}{d} + \delta\theta$, где θ - угол Брегга, первое слагаемое учитывает локальное изменение δd межплоскостного рассеяния d для отражающих атомных плоскостей, а второе - локальный угол поворота решетки δq. Интенсивность дифрагированного и прошедшего пучков на поверхности выхода из кристалла определяются значениями этого параметра в объеме кристалла, где происходит дифракция рентгеновских волн. Таким образом, распределение

интенсивности этих пучков отображает отклонения строения кристаллической решетки от идеального и является в определенном смысле изображением полей искажений решетки, создаваемых дефектами, на топограмме. Различают три типа механизмов формирования контраста на рентгеновских топограммах: адсорбционный, ориентационный и экстинкционный. Адсорбционный контраст возникает благодаря различиям в коэффициентах поглощения различных участков образца. Ориентационный контраст определяется степенью соответствия локальной ориентировки образца условиям, при которых в заданном спектральном интервале часть падающего на образец излучения может отразиться в соответствии с законом Брегга. Изменение отраженной интенсивности от одной точки образца к другой характеризует величину разориентировок кристаллической решетки. Повышение чувствительности при ориентационном контрасте может быть достигнуто путем улучшения коллимации пучка характеристического рентгеновского излучения, или в результате его монохроматизации. Контраст, обусловленный локальными изменениями степени совершенства кристалла, обычно называют экстинкционным контрастом. Коэффициент отражения используемой кристаллографической плоскости, а следовательно и интенсивность дифракции, может находиться в интервале между двумя предельными случаями, соответствующими "идеально совершенному" и "идеально несовершенному" кристаллам [9,10].

В рентгеновской топографии важными параметрами эксперимента являются диапазон длин волн рентгеновского излучения $\delta\lambda$, степень коллимации падающего пучка $\delta\alpha$ и отношение расстояния L от источника излучения до образца к расстоянию l от образца до поверхности фоторегистрирующего слоя. Сказанное можно продемонстрировать на следующем примере [10]. Предположим, что образец, показанный на рис.3.3, состоит из трех частей: достаточно совершенной матрицы C и двух островков A и B, причем отражающая способность островка A больше отражающей способности матрицы $R_A>R_C$, островок В имеет одинаковую отражающую способность с матрицей $R_B=R_C$. Предположим также, что единичные вектора, перпендикулярные к выбранной системе отражающих плоскостей, будут $\boldsymbol{n}_A, \boldsymbol{n}_B, \boldsymbol{n}_C$ и островок A имеет одинаковую ориентацию с матрицей $(\boldsymbol{n}_A \wedge \boldsymbol{n}_c) = 0$, а островок B разориентирован на угол α по отношению к матрице $(\boldsymbol{n}_B \wedge \boldsymbol{n}_C) = \alpha$.

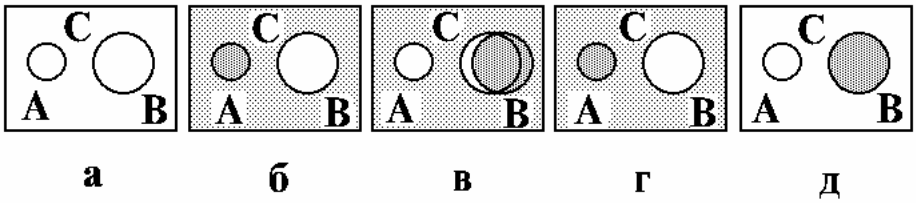


Рис.3.3.Схематическое изображение поверхности образца -а); и характерные топограммы: -б),-в) в полихроматическом свете; - г),-д) в монохроматическом свете.

Рассмотрим топограммы, получаемые от такого гипотетического образца. Топограммы могут сниматься на просвет, если образец имеет небольшую толщину и достаточно прозрачен (в этом случае они носят название трансмиссионных), или на отражение.

Допустим, что используется полихроматическое излучение, то есть $\delta\lambda>0$ и фотографическая пленка располагается в непосредственной близости от

образца. В этом случае можно полагать, что условия Брегговского отражения будут выполняться для всего образца, а островок А будет выделяться большим контрастом за счет большей отражающей способности, островок *B* при этом виден не будет. Однако, если изменять расстояние между образцом и фотопластинкой, контраст от области *B* станет заметен из-за того, что угол дифракции для этой области отличается от угла дифракции для матрицы *C,* и, следовательно, изображение участка *B* будет смещаться на топограмме при изменении расстояния *l.* Таким образом, в рассмотренном примере островок *A* представляет экстинкционный контраст, а островок *B* соответственно - ориентационный.

Теперь предположим, что используется характеристическое излучение, т.е. $\delta\lambda \approx 0$. Приведем матрицу *C* в отражающее положение для падающей длины волны. Наряду с матрицей в отражающем положении окажется и область *A*, однако область *B* в отличии от примера, рассмотренного выше, уже не будет удовлетворять условию Брегга. Следовательно, участок образца *A* будет иметь как и прежде повышенный контраст, в то время как участок *B* - пониженный, так как отражение от него отсутствует. Соответствующими поворотами можно вывести его в отражающее положение, но отражение от матрицы *C* и островка *A* при этом исчезнет, поэтому контраст будет иметь только островок *B*. Очевидно, что характер контраста в приведенном примере не зависит от расстояния *l*.

На рентгеновских топограммах в зависимости от применяемого метода съемки видны границы блоков, единичные дислокации, включения, дефекты упаковки, магнитные домены (за счет магнитострикции), неоднородности распределения примеси, границы окисных пленок на поверхностях кристаллов и изделий из них, а также упругие поля, вызванные внешними воздействиями - такими, например, как термоградиент или ультразвук и т.п. Анализ дифракционного контраста (распределения интенсивности) изображений дефектов проводится на основе динамической теории рассеяния рентгеновских лучей (см. например обзоры [9,11]) и позволяет определять некоторые их качественные характеристики (знак избыточного объема включений, направление вектора Бюргерса дислокаций), а в отдельных случаях - и количественные характеристики (величину градиента деформации, величину вектора Бюргерса дислокаций и пр.).

Для исследования кристаллов с малой плотностью дефектов в последние годы наиболее часто используется метод Ланга и его модификации. В случае дислокайций, например, известно, что они создают сильно анизатропные искажения кристаллической решетки. Наибольшие искажения обычно сосредоточены в направлении вектора Бюргерса. Поэтому максимальный контраст на дифракционных топограммах наблюдается при отражении от наиболее искаженных плоскостей (имеются в виду искажения перпендикулярные отражающим плоскостям) т.е. когда вектор Бюргерса перпендикулярен оражающей плоскости. В этом случае будет выполняться условие когда скалярное произведения ветора Бюргерса на вектор дифракции равен 1, т.е. $(\mathbf{gb}) = 1$. При отражении от плоскостей в которых вектор Бюргерса лежит контраст будет минимален, т.е. $(\mathbf{gb}) = 0$. Это и есть главное и чрезвычайно простое правило позволяющее по погасаню (исчезновению) контраста дефектов в каких-то отражениях определять тип искажений. Правило

это носит общий характер и применимо практически ко всем топографическим методам.

Как правило, в РДМ используется только такой случай дифракции, когда для каждого пучка условие Брегга выполняется только для одной системы отражающих плоскостей и возникает только один дифрагированный пучок (двухволновая дифракция). Плоскость, в которой лежат падающий и дифрагированный пучки, называют плоскостью рассеяния. В соответствии с формулой Брегга расходимость дифрагированного пучка $\delta\theta_d$ в плоскости рассеяния связана с его спектральной шириной $\delta\lambda_d$ соотношением:

$$\delta\theta_d = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda_d}{\lambda_d} \qquad (3.1)$$

В случае, когда расходимость падающего на кристалл пучка велика, т.е.

$$\delta\theta_i > tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda_i}{\lambda} \qquad (3.2)$$

(здесь $\delta\lambda_i$ - спектральная ширина падающего на кристалл пучка), расходимость дифрагированного пучка $\delta\theta_d$ лимитируется спектральной шириной падающего на кристалл излучения в соответствии с соотношением (3.1). Обычно этот случай реализуется при съемке в монохроматическом (например характеристическом) излучении.

Расходимость падающей волны определяется как $\delta\theta_i = \delta x / L$, где δx - размер источника в плоскости рассеяния, L - расстояние от источника до кристалла. Например, при съемке в "белом" излучении и при использовании микрофокусного источника часто выполняется противоположное соотношение $\delta\theta_i < tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda_i}{\lambda}$. В этом случае расходимость дифрагированного пучка $\delta\theta_d$ равна расходимости падающей волны $\delta\theta_i$, а его спектральная ширина $\delta\lambda_d$ дается соотношением (3.1). Пространственное разрешение на топограмме в плоскости рассеяния определяется одновременным действием двух факторов: геометрическим и дифракционным уширениями. Геометрическое уширение равно $\delta x = \delta\theta_d \cdot l$, где l - расстояние от кристалла до фотопластинки, $\delta\theta_d$ определяется либо монохроматичностью, либо расходимостью падающего пучка в случаях (2) и (3) соответственно.

Дифракционное уширение описывается динамической теорией рассеяния рентгеновских лучей и может быть оценено как $\Lambda \cdot ctg\theta$, где $\Lambda = \frac{\lambda \cdot \boldsymbol{cos}\theta}{C \cdot \chi_{hkl}}$ - экстинкционная длина, χ_{hkl} - фурье-компонента поляризуемости кристалла, соответствующая атомным плоскостям с индексами Миллера *(hkl)*, коэффициент $C=cos2\theta$ или *1* для поляризации в плоскости рассеяния (π-поляризация) и перпендикулярной ей (σ-поляризация). Разрешение в направлении, перпендикулярном плоскости рассеяния, определяется геометрическим уширением: $\delta y_g = \delta y \cdot \frac{l}{L}$. Разрешение лимитируется также разрешающей способностью фотопластинок, которая не превышает обычно *300-500линий/мм.* Суммарное действие всех факторов на практике позволяет

получать на рентгеновских топограммах изображение с разрешением *~3.5÷ 5.0мкм*.

3.2.3. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ТОПОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

На рисунках 3.3-3.8 приведены примеры рентгеновских топограмм полученных различными методами РДМ с изображением некоторых дефектов кристаллической решетки. Следует подчеркнуть, что если геометрическое уширение может быть сколь угодно уменьшено путем оптимизации схемы съемки, то дифракционное уширение обуславливает принципиальный предел разрешения РДМ Все методы РДМ дают изображение в масштабе, равном или близком к *1:1*, увеличение получается только оптическими методами. Методы РДМ применимы для исследования кристаллов с относительно низкой плотностью дефектов: эта плотность зависит от применяемой схемы и лимитируется разрешением; например, для съемки по методу Ланга плотность дислокаций не должна превышать $10^4 \div 10^5 \text{см}^{-2}$. Преимущество РДМ перед обычной оптической микроскопией заключается как в возможности изучать структуру непрозрачных для видимого света кристаллов, так и в высокой чувствительности, позволяющей регистрировать относительные изменения параметра решетки до 10^{-6} и углы поворота решетки *0,1 угл.сек.* РДМ существенно уступает просвечивающей электронной микроскопии в разрешении, но является неразрушающим методом исследования и контроля, и применим для изучения структуры относительно толстых (толщиной от *~1мм* в методе Ланга до нескольких *см* в методе Бормана) кристаллов, что позволяет избежать изменения структуры кристалла в процессе приготовления тонкого электронно-микроскопического образца. Основная область применения РДМ - исследование и контроль качества высокосовершенных монокристаллов полупроводников и изделий из них.

Основные недостатки РДМ - относительно низкое разрешение и большая продолжительность съемки - от нескольких часов до десятков часов. В последнее время для сокращения съемки применяются мощные источники рентгеновского излучения - аппараты с вращающимся анодом и синхротроны, а для регистрации - системы визуализации рентгеновского изображения, в частности, рентгенооптические преобразователи-усилители яркости и рентгенотелевизионные системы, позволяющие проводить наблюдения в режиме реального времени [12-14].

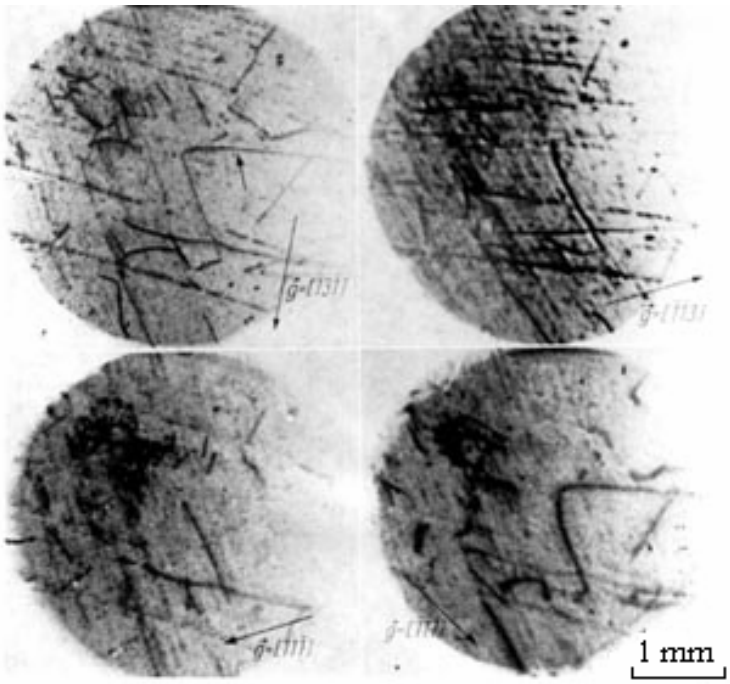


Рис.3.4. Фрагменты синхротронограммы монокристалла кремния. Толщина кристалла 35мм, энергия электронов 7,2гэв, ток в кольце 7ма, время экспозиции 40сек.

Применение в рентгеновской топографии таких мощных рентгеновских источников, как, например RU-1000 (фирма Rigaku Denky) с анодным током трубки *1000мА*, сокращает время экспозиции по крайней мере на два порядка. В настоящее время изучаются возможности создания рентгеновских источников излучения с током трубки до нескольких ампер.

Используя синхротроны, можно еще более увеличить плотность потока рентгеновского излучения. Спектр синхротронного излучения непрерывный, длина волны в максимуме спектрального распределения определяется энергией электронов и радиусом орбиты. Синхротронное излучение имеет ряд особенностей, важнейшими из которых являются полная поляризация излучения в плоскости электронной орбиты и очень малая расходимость пучка рентгеновских лучей (от долей угловой секунды до нескольких секунд в зависимости от параметров ускорителя). непрерывность спектра, большое поперечное сечение пучка и малая расходимость позволяют проводить на синхротроне уникальные исследования структурного совершенства кристаллов, в частности получать своеобразные лауэграммы, каждое пятно которых является топограммой кристалла[15,16]. Таким образом можно получить целый набор топограмм, соответствующих различным длинам волн, отраженным от плоскостей с различными индексами. На рис.3.4.представлены четыре таких топограммы, на которых хорошо видны ростовые дислокации [16]. Одновременно наблюдается более 15 сильных отражений. Время экспозиции для получения всех топограмм одновременно составляет *40сек*, в время как для получения одной такой топограммы на рентгеновском аппарате (*40kV,15mA*) необходимо около *30часов*. Анализ топограмм, полученных с помощью синхротрона, позволяет достаточно полно описать реальную структуру кристалла.

На рис.3.5. показана топограмма монокристалла кремния полученная методом Ланга [5]. На топограмме хорошо видна дислокационная спираль - источник Франка-Рида, отдельные дислокации и дислокационные скопления. Так как толщина образца уменьшается от его середины к краям на топограмме вдоль краев кристалла видны экстинкционные контуры называемые в оптике полосами равной толщины. Для определения характера искажений и типа дефектов в кристалле необходимо получить несколько таких топограмм отражением от различных кристаллографических плоскостей. Анализ контраста дефектов на полученных топограммах позволяет понять характер искажений кристаллической решетки.

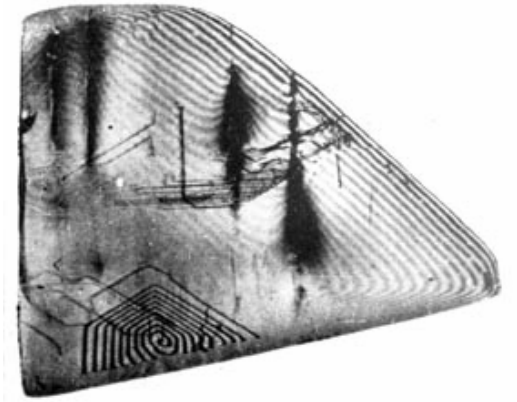


Рис.3.5. Топограмма монокристалла Si, полученная методом Ланга [5]. *Тонкие черные линии, в том числе спираль - единичные дислокации, широкие темные участки - скопления дислокаций; параллельные полосы вдоль краев кристалла - экстинкционные контуры или полосы равной толщины.*

На рис.3.6.приведены топограммы снятые по методу Бомана с кристалла кремния. Кристалл имел вид призмы (*2.5×2.5×25мм*) с гранями параллельными плоскостям *(001), (011), (101)*. Топограммы сняты на просвет с двух взаимно перпендикулярных граней кристалла. На первой топограмме (а) видны тонкие вертикальные черные линии. Это изображения ростовых дислокаций. Горизонтальные полосы являются изображением слоёв с неоднородно распределенной примесью, которые возникают в процессе роста кристалла из-за колебаний концентрации примеси в расплаве за фронтом кристаллизации (так называемые полосы роста). На другой топограмме (б) - освещенная поверхность имеет индексы *(001)* видны изображения тех же дислокаций, что и на предыдущем рисунке, но ориентированных вдоль распространения пучка [19]. Анализ полученного изображения наряду с определением типа дефектов (анализ контраста многолепестковых розеток) позволяет реконструировать пространственное расположение дефектов в объёме кристалла.

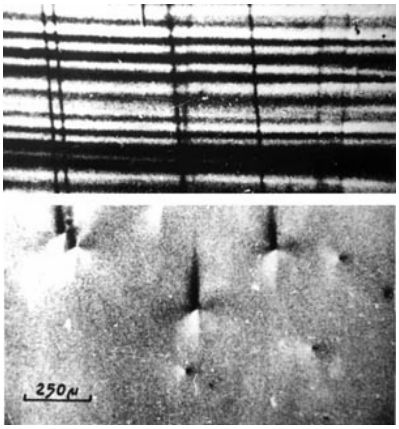


Рис.3.6.Топограммы, снятые по методу Бормана на одном и том же кристалле Si в двух взаимно перпендикулярных направлениях: отражение (220); излучение $CuK_{\alpha 1}$; время экспозиции 5 часов; а)-освещенная поверхность (110); тонкие вертикальные черные линии -изображение ростовых дислокаций; горизонтальные полосы - слои с неоднородно распределенной примесью, возникающей из-за колебаний концентрации примеси в расплаве за фронтом кристаллизации (так называемые полосы роста); б)-освещенная поверхность -(001); изображения тех же дислокаций, что и на предыдущем рисунке, но ориентированных вдоль распространения пучка [19].

Рис.3.7. Изображение магнитных доменов на рентгеновской топограмме (метод Ланга) монокристалла железо-иттриевого граната [20]. Толщина кристалла - 180мкм, излучение AgKα , отражение (800), время экспозиции - 60час.

В последнее время топографические методы стали широко применяться для исследований доменной структуры ферромагнетиков и сегнетоэлектриков. На рис.3.6.показана топограмма (метод Бормана) монокристалла железо-итриевого граната, где хорошо видна доменная структура и ростовые дефекты в виде включений другой фазы и дислокаций. Анализ таких изображений позволяет выяснить степень и характер влияния упругих полей микронапряжений, связанных с дефектами роста, на доменную структуру кристалла.

Методами рентгеновской топографии можно изучать не только монокристаллы, но и изделия из них на различных стадиях технологического процесса. Так на рис.3.8.представлена топограмма пластины монокристаллического кремния с нанесенным рисунком будущей микросхемы. Наряду с ростовыми дислокациями (короткие косые линии) можно выявить и микродеформации на границах разных материалов, наблюдаемые в виде контраста на элементах микросхемы.

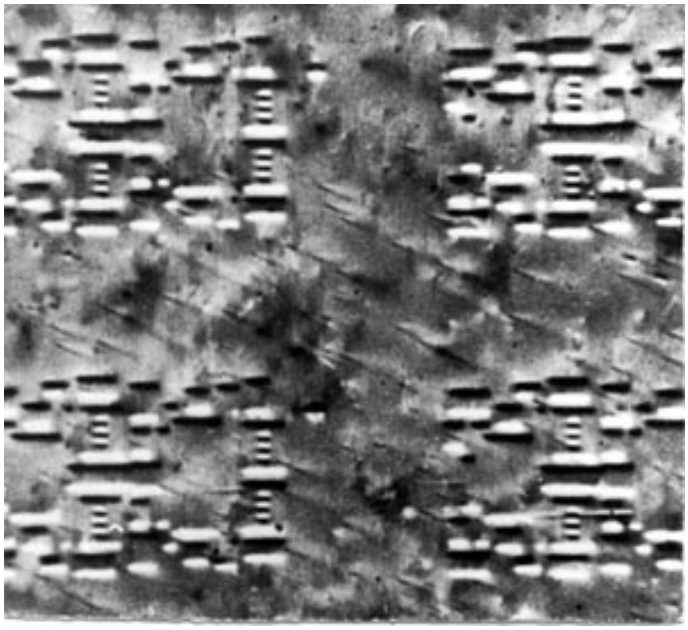


Рис.3.8. Топограмма фрагмента интегральной микросхемы, изготовленной из монокристалла кремния. На фотографии наряду с элементами топологии схемы хорошо видны ростовые дислокации.

3.3. РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКЦИОННЫЙ КОНТРАСТ ДЕФЕКТОВ

Методы рентгеновской дифракционной микроскопии в настоящее время широко используются для исследования реальной структуры кристаллов как в практике исследовательских лабораторий, так и на производстве (в основном на предприятиях электронной промышленности). Сейчас уже не вызывает сомнений, что эти методы в принципе позволяют определять не только тип, геометрию пространственного расположения дефектов, но и характер упругого поля искажений решетки. Однако, за очень редкими исключениями эта важная информация практически не может быть прочитана с рентгеновских топограмм из-за отсутствия достаточно эффективных методов анализа изображения [9,11].

В последние 10-15 лет благодаря прогрессу в изучении рассеяния рентгеновских лучей на дефектах кристаллической решетки достигнуты значительные успехи в понимании формирования изображения. Если до недавнего времени работы по исследованию реальной структуры кристаллов рентгеновскими топографическими методами носили в основном качественный характер, то сейчас все чаще появляются публикации, в которых делается попытка количественного исследования упругого поля дефектов на основе изучения особенностей тонкой структуры изображения.

Сложность этой проблемы связана с тем, что длина волны рентгеновского излучения соизмерима с величиной параметра решетки ($\lambda \sim d$) в отличии от оптики видимого света, где $\lambda > d$, и электронной микроскопии, где $\lambda < d$. Это приводит к большим углам дифракции ($2d \cdot \sin\theta = \lambda$), в результате в формировании каждой детали рентгеновского изображения принимают участие области кристалла, протяженные не только в направлении просвечивания, но и в перпендикулярном направлении (треугольник рассеяния). Поэтому каждой точке на входной поверхности кристалла соответствует полоска, длиной порядка толщины образца на выходной его поверхности. Изображения соседних точек, как правило, перекрываются. Отсюда следует, что в рентгеновской дифракционной микроскопии невозможно использовать широко применяемый для решения дифракционных задач в электронной микроскопии метод колонкового приближения. Изображение дефектов, получаемые в методах рентгеновской микроскопии, значительно сложнее и многообразнее по сравнению с электронно-микроскопическими.

Рассеяние рентгеновских лучей на дефектах решетки и формирование дифракционного изображения в области не очень резких изменений упругого поля достаточно хорошо описывается уравнениями Такаги. Зная вид функции, описывающей локальные разориентации отражающих плоскостей вблизи дефекта, можно рассчитать на ЭВМ волновое поле внутри кристалла и построить дифракционное изображение дефекта [22-28]. Обратная задача в общем виде, как правило, решена быть не может. Поэтому понимание механизмов, формирующих дифракционное изображение, обычно облегчает расшифровку и анализ наблюдаемого контраста на рентгеновских топограммах. Однако, несмотря на то, что к натоящему времени в рентгеновской топографии накоплен богатый экспериментальный и теоретический материал, в литературе практически отсутствуют работы, в которых была бы проанализирована роль различных дифракционных механизмов в формировании рентгеновского

изображения дефектов. Исключение здесь составляют лишь работы А.Отье [9,29,30,57-59]. Поэтому ниже рассмотрены с единой точки зрения различные типы контраста, и показано, какие дифракционные механизмы являются определяющими в образовании дифракционного изображения дефектов в каждом конкретном случае. Наиболее распространенными типами дефектов являются дислокации, дефекты упаковки, межзеренные границы, точечные и квазиточечные дефекты. В последующих разделах на примере контраста дислокаций показана роль различных дифракционных эффектов в формировании изображения.

3.3.1. ПРИРОДА ДИФРАКЦИОННОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ

В двухволновом случае рентгеновское волновое поле в кристалле является суперпозицией двух типов блоховских волн, имеющих существенно различные коэффициенты поглощения. Поэтому изображение дислокаций будет зависеть от того, оба ли типа блоховских волн участвуют в формировании изображения и, следовательно, от толщины кристалла. Различают два крайних случая: случай тонкого кристалла ($\mu t \leq 1$), когда контраст обусловлен интерференцией двух типов блоховских волн, и случай толстого кристалла ($\mu t >> 1$), когда контраст определяется эффектами аномального прохождения рентгеновских лучей.

Первые систематические представления о формировании изображения дислокаций на рентгеновских топограммах были даны А.Отье [9,10,29,30]. Следуя его классификации, изображение дислокаций состоит из трех частей: "прямого" или "кинематического" изображения, которое формируется в сильно искаженной области дислокационного упругого поля за счет того, что падающий пучок имеет конечную расходимость и определенный спектральный интервал; "динамического" изображения, возникающего в результате перераспределения волнового поля в треугольнике Бормана и проявляющегося в виде светлой тени на топограмме; и, наконец, "промежуточного" изображения, являющегося результатом интерференции волнового поля, распространяющегося в треугольнике Бормана, с новыми волновыми полями, рождающимися в сильно искаженной области вблизи дислокации.

Экспериментальные и теоретические исследования последних лет показали, что эти простые принципы, положенные А.Отье в основу дислокационного контраста, в основном правильны, однако реальная картина формирования дифракционного контраста значительно сложнее [11,31-40].

Явления, происходящие при рассеянии рентгеновского излучения на упругом поле дефекта, существенным образом зависят от величины градиентов деформации решетки локальным полем дефекта. Вдали от дислокации, где упругое поле меняется медленно, рентгеновское волновое поле успевает приспособиться к изменениям решетки, и основным механизмом, формирующим дислокационное изображение, в этом случае будет смещение траекторий блоховских волн, изменения фаз и их интерференция. Поэтому этот тип изображения можно назвать экстинкционным или фазовым. С ростом поглощения в кристалле остается только один тип блоховских волн, и контраст в этом случае будет определяться абсорбционными и амплитудными

эффектами. Механизм абсорбционного контраста достаточно прост. Этот тип контраста возникает за счет разницы коэффициентов поглощения для аномально проходящей блоховской волны в областях решетки с разной степенью искажений. Поэтому яркость контраста будет зависеть от разницы в коэффициентах поглощения и толщины кристалла. Амплитудный контраст связан со смещением траекторий волн и изменением их наклона вблизи поверхности и определяется условиями разложения плоских волн на блоховские на входной и блоховских волн на плоские на выходной поверхности кристалла.

По мере приближения к ядру дислокации сильно возрастает градиент деформаций решетки, и на расстояниях $r<\Lambda$ (Λ - экстинкционная длина) определяющим становится фазовый сдвиг, приобретаемый блоховской волной при рассеянии. Поэтому в этой области решающую роль начинают играть явления межзонного рассеяния, и контраст будет определяться интерференцией "нового" и "старого" волновых полей. Причем в ряде случаев сильного поглощения возникновение контраста обусловлено перекачкой энергии из слабо поглощающейся волны в сильно поглощающуюся.

Из сказанного выше ясно, что по характеру интерференционных эффектов, возникающих в упругом поле дислокаций, его условно можно разбить на две области: область дальнего поля, где градиенты деформаций невелики и волновое поле успевает подстраиваться под изменения решетки, и область ближнего поля, где характер деформаций уже несущественен, а основную роль играют сдвиги фаз блоховских волн [11, 40-42].

3.3.2. ДИФРАКЦИОННЫЙ КОНТРАСТ, ФОРМИРУЕМЫЙ В ДАЛЬНЕМ ПОЛЕ ДИСЛОКАЦИЙ

Фазово-экстинкционный контраст. Рассмотрим случай, когда упругое поле искажений решетки, связанное с дислокацией, меняется достаточно плавно на расстояниях порядка экстинкционной длины и волновое поле успевает подстраиваться под изменения кристаллической решетки. В этом случае рентгеновское волновое поле в кристалле можно описывать на языке геометрической оптики, то есть на языке траекторий и фаз блоховских волн [40-48]. Упругое поле дислокации приводит к смещению и искривлению траекторий блоховских волн в треугольнике Бормана. На рис.3.9 показан характер траекторий для двух типов волн. Вблизи дислокаций траектории приобретают *S*-образную форму, причем в каждую точку на выходной поверхности кристалла по двум различным траекториям приходят блоховские волны двух типов.

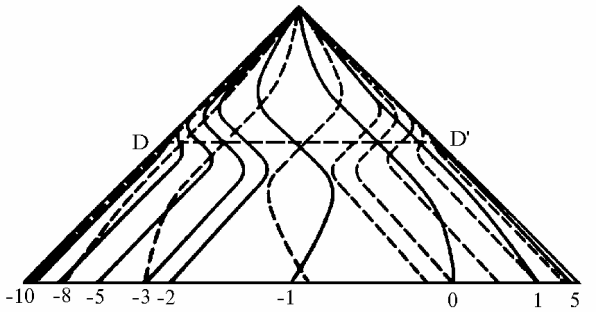


Рис.3.9. Два семейства блоховских траекторий внутри треугольника Бормана. Цифрами обозначены величины обобщенных импульсов. DD' - след дислокации. Сечение проведено на расстоянии 0.5Λ от оси дислокации.

Очевидно, что интерференционная картина, формируемая на выходной поверхности, определяется разностью фаз, которую приобретают

лучи, соответствующие блоховским волнам разных типов в упругом поле дислокации. Ситуация здесь напоминает обычный оптический интерферометр с той лишь разницей, что разделение лучей и их последующая интерференция происходят в одном и том же кристалле. Поэтому методы, основанные на анлизе экстинкционных полос, получили название метода однокристального интерферометра.

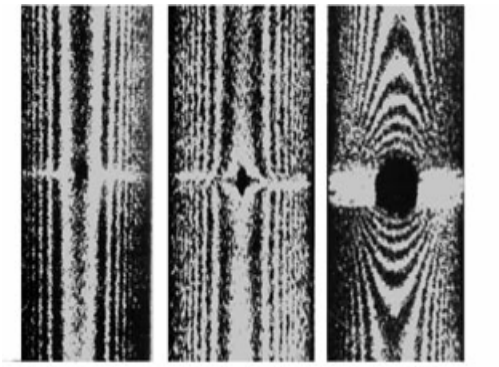


Рис.3.10. Секционные топограммы с изображением винтовых дислокаций. Вектор отражения (202). Ось дислокаций [101] параллельна вектору отражения. Излучение MoK$_\alpha$, μt=0,5 a)-(gb)=2; b)-(gb)=28 [41].

На рис.3.10 приведены две секционные топограммы с изображениями дислокаций с двумя различными значениями мощностей поля смещений. Для простоты рассмотрим случай, когда ось дислокации параллельна вектору отражения (так называемое особое положение дислокации). В этом случае поле эффективных разориентаций имеет достаточно простой вид:

$$\beta(x, y) = \frac{(\mathbf{gb})}{2\pi} \cdot \frac{\Lambda y}{y^2 + z^2}, \qquad (3.3)$$

здесь **g** - вектор дифракции, **b** - вектор Бюргерса. Анализ топограмм на рис.3.10 показывает, что с ростом мощности поля смещений существенно меняется характер интерференционных полос. Если при малых значениях (**gb**) происходит только смещение интерференционных полос вблизи дислокации, то дальнейший рост поля приводит к появлению новых интерференционных полос.

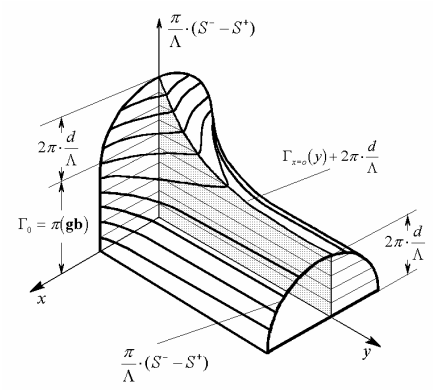


Рис.3.11. Общий вид поверхности полной разности фаз $\frac{\pi}{\Lambda}\cdot\left(\boldsymbol{s}^- - \boldsymbol{s}^+\right)$. *Осевое сечение x=0 заштриховано. Горизонтальные линии, соответствующие экстинкционным полосам, проведены через равные значения разности фаз.*

Характер наблюдаемой интерференционной картины становится понятен из анализа вида разности фаз блоховских волн, которую они приобретают в упругом поле дислокации. На

рис.3.11 приведен общий вид полной поверхности разности фаз $\frac{\pi}{\Lambda}\cdot\left(\boldsymbol{s}^{-}-\boldsymbol{s}^{+}\right)$. Осевое сечение $x=0$ заштриховано. Горизонтальные линии соответствуют экстинкционным полосам, проведенным через равные значения разности фаз. Вдали от дислокации, где кристалл практически идеальный, разность фаз для двух типов блоховских волн определяется выражением

$$\Phi_0(x)=\frac{2\pi}{\Lambda}\cdot\sqrt{d^2-x^2ctg^2\theta}, \qquad (3.4)$$

здесь d-толщина кристалла. По мере приближения к оси дислокации упругое поле будет приводить к смещению траекторий и появлению дополнительной разности фаз, причем на оси дислокации эта дополнительная разность фаз максимальна и равна $\pi(\mathbf{gb})$, а полная разность фаз

$$\Phi(x_0)=\Phi(x_\infty)+\pi(\mathbf{gb}) \qquad (3.5)$$

Здесь индексы 0 и ∞ соответствуют значениям $y=0$ и $y\to\infty$. Сечение этой поверхности плоскостями, параллельными плоскости (x,y), дают линии разных фаз, соответствующие форме экстинкционных полос на секционных топограммах. Анализ экспериментально измеренных значений разности фаз по секционным топограммам и сопоставление их с расчетом показало [42,43], что приведенная выше модель хорошо количественно описывает характер наблюдаемой интерференционной картины. Это в свою очередь позволило разработать методы количественного анализа секционных топограмм, дающие возможность определять величину и знак вектора Бюргерса дислокаций с высокой точностью.

В заключение этого раздела следует отметить, что впервые экстинкционный контраст был исследован Като [36-38] для случая изображения края окисной пленки на поверхности монокристаллов кремния.

Роль амплитудных эффектов в образовании дифракционного изображения дислокаций. Перейдем теперь к другому крайнему случаю, когда в образовании изображения принимает участие лишь одна аномально проходящая блоховская волна. Другая волна при этом практически полностью отсутствует из-за большого поглощения. Рассмотрим вначале тот же случай, что и в предыдущем разделе, когда ось дислокации параллельна вектору отражения и поверхностям входа и выхода кристалла. Как было показано выше, лучи, соответствующие разным листам дисперсионной поверхности, отклоняются в разные стороны к краям треугольника Бормана (см.рис.3.8), причем изменение знака функции $\beta(\mathbf{r})$ приводит к соответствующей замене типа лучей. Если кристалл толстый и выживает лишь один тип блоховских волн, возникает характерная асимметрия изображения относительно оси дислокации. На рис.3.12 показана секционная топограмма, рассчитанная на ЭВМ для этого случая. Эта асимметрия хорошо наблюдается на секционных топограммах даже в случае не очень толстых кристаллов и может быть использована для определения знака вектора Бюргерса.

Рис.3.12. Рассчитанная на ЭВМ секционная топограмма с изображением винтовой дислокации, параллельной вектору отражения. $\mu t=10$ [62].

Наряду с отклонением блоховских траекторий возможны и более сложные ситуации, когда происходит концентрация блоховских волн одного типа в определенных участках дислокационного поля. В качестве примера рассмотрим очень распространенный случай, когда ось дислокации перпендикулярна входной и выходной поверхностям кристалла. Экспериментально этот тип контраста был исследован в работах [17-19] и получил теоретическое объяснение в [11,40]. На рис.3.13 показан вид поля локальных разориентаций и соответствующая рентгеновская топограмма. Изображение имеет вид многолепестковой розетки, в общем повторяющей характер розетки локальных разориентаций. Следует, однако, отметить, что рентгеновское изображение имеет более сложную структуру.

Механизм образования такого контраста так же, как и в предыдущих случаях, может быть понят в рамках геометрической оптики. Согласно [45,51] области упругого поля дислокации с различными знаками кривизны функции локальных разориентаций по-разному отклоняют блоховские волны первого и второго типа.

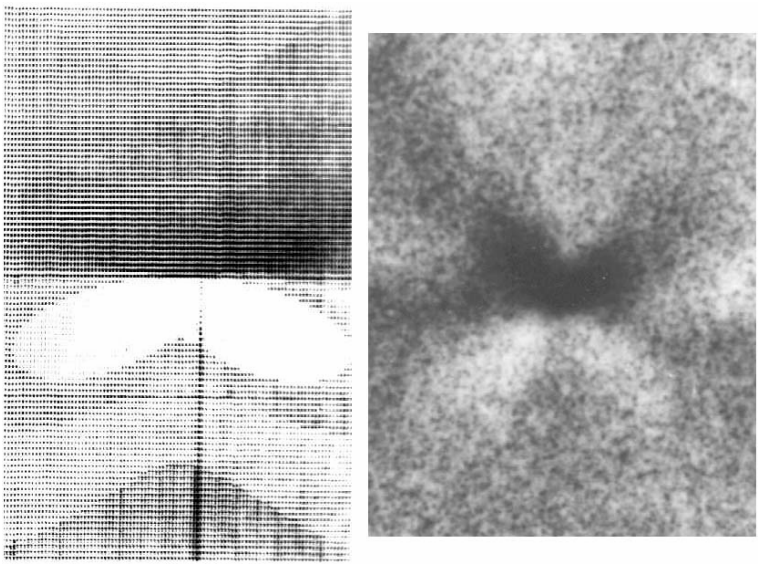


Рис.3.13. а) - Вид поля локальных разориентаций для случая краевой дислокации, ось которой перпендикулярна входной поверхности кристалла. Вектор отражения перпендикулярен оси дислокации и расположен горизонтально; б) - Изображение краевой дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации параллельна направлению [110]. Отражение (220). Излучение CuK$_\alpha$, $\mu t=20$ [17].

Участки с отрицательной кривизной β(r) собирают аномально проходящие лучи, а нормальные рассеивают. И наоборот, области с положительной кривизной оказывают на ход лучей обратное влияние. Так как поле локальных разориентаций $\beta(\mathbf{r})$ в этом случае является плоским и не зависит от глубины в кристалле, за счет эффекта внутреннего отражения возникают своеобразные волноводы -области с пониженным значением $\beta(\mathbf{r})$ - становится волноводом для

слабо поглощающихся лучей, а область с повышенным значением $\beta(\mathbf{r})$ - волноводом для сильно поглощающихся. Если кристалл толстый, лучи нормального типа затухнут в объеме кристалла, не дойдя до выходной его поверхности, и на этом участке топограммы возникнет светлый по сравнению с фоном контраст. Аномально проходящие лучи наоборот создадут яркий контраст. Таким образом по виду розетки может быть восстановлена розетка локальных разориентаций и определен знак вектора Бюргерса.

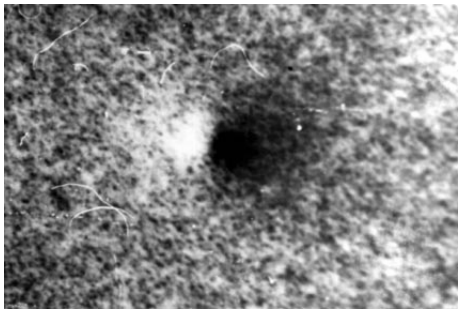


Рис.3.14. Изображение винтовой дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Отражение (220). Излучение CuK$_\alpha$, $\mu t=20$ [19].

Рассмотрим, наконец, еще один механизм образования дифракционного изображения дислокаций, характерный для случая аномального прохождения рентгеновских лучей. На рис.3.14 приведено изображение винтовой дислокации, ось которой перпендикулярна поверхности кристалла [17-19]. Ясно, что искажения отражающих плоскостей в объеме кристалла здесь отсутствуют $(\mathbf{gb})=0$ и, следовательно, наблюдаемый контраст в виде двухлепестковой розетки может быть обусловлен только релаксацией поля напряжений на поверхности кристалла. Как было показано в работах [45,51], этот тип изображения определяется разницей наклона отражающих плоскостей вблизи входной и выходной поверхности кристалла и носит название амплитудного контраста.

3.3.3. МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ БЛИЖНЕГО ПОЛЯ ДИСЛОКАЦИЙ

Перейдем теперь к рассмотрению процессов, которые происходят при рассеянии рентгеновского излучения в ближнем поле дислокации. Как уже отмечалось выше, в этой области не применимы понятия геометрической оптики о траекториях и фазах, становится несущественен вид упругого поля, и на первый план выступает фазовый сдвиг, приобретаемый блоховскими волнами в ближайшем поле дислокации [40,42,47,48]. В областях, где поле смещений меняется достаточно резко, будут рождаться новые волновые поля, интерференция которых со старым волновым полем приводит к возникновению новых дифракционных эффектов - фокусировке, внутреннего отражения, каналирования, перекачке энергии рентгеновских блоховских волн. Оказалось, что эти эффекты играют определяющую роль в формировании изображения ближнего поля дислокаций.

Прямое изображение дислокаций - фокальное пятно дислокационной линзы. Несколько лет назад [53-55] было обнаружено новое дифракционное явление - динамическая фокусировка рентгеновских лучей. Было показано, что плоская рентгеновская волна может быть сфокусирована при дифракции на совершенном кристалле в узкий луч, если ее определенным

образом промодулировать по амплитуде и фазе. Первоначально необходимая модуляция была осуществлена путем дифракции узкого рентгеновского пучка на кристаллической пластине определенной толщины [53], затем было установлено, что аналогичные условия возникают при прохождении блоховских волн через дефект упаковки [56-61]. В этом случае возникают две блоховские волны, соответствующие двум листам дисперсионной поверхности, причем волна с нормальным коэффициентом поглощения фокусируется в центре треугольника Бормана, в то время как аномально проходящая волна расходится по всему треугольнику Бормана. Очевидно, что аналогичный эффект должен иметь место и в ближнем поле дислокации, так как оно в первом приближении представляет собой сдвиг решетки, подобный сдвигу на дефекте.

Рассмотрим наиболее простой случай, когда ось дислокации параллельна вектору отражения. На рис.3.15 показаны схема образования прямого изображения и распределение волнового поля в плоскости рассеяния, полученные путем численного решения на ЭВМ уравнений Такаги для этого случая. На расчетной картинке хорошо видно возникновение эффекта фокусировки при пересечении волнового поля с осью дислокации. Ближнее поле в этом случае работает как одномерная линза. Соответствующие экспериментальные топограммы приведены на рис.3.9. Как и в случае дефекта упаковки, светлая тень на топограмме будет соответствовать однородному ослаблению изображения щели, а "прямое" изображение - наряду с кинематическими эффектами, фокусировке нового волнового поля [41-43].

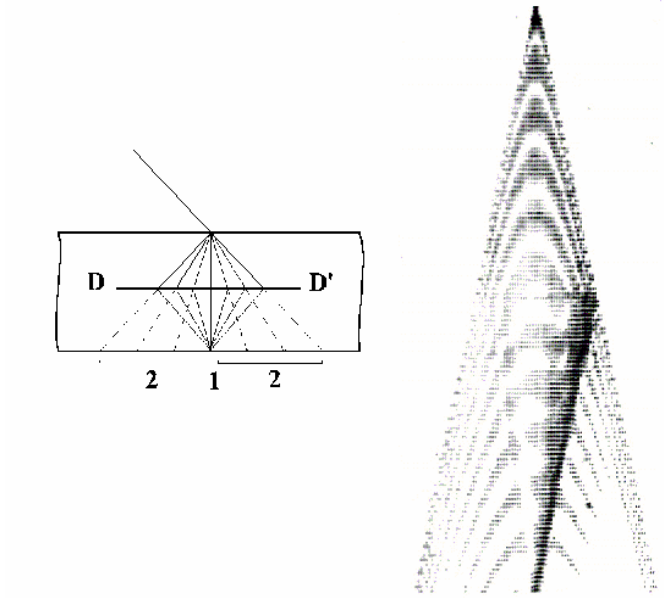


Рис.3.15. Возникновение фокусировки в ближнем поле дислокации. а)-схема образования сходящихся и расходящихся волн; б)-расчет волнового поля на ЭВМ внутри треугольника Бормана.

Если при малых значениях дифракционной мощности упругого поля дислокации "прямое" изображение, как правило, лишено какой бы то ни было внутренней структуры, то с увеличением мощности **(gb)** на экспериментальных топограммах начинает проявляться структура "прямого" изображения. На рис.3.16 приведена типичная для этого случая секционная топограмма. Изображение дислокации здесь имеет вид многолепесткового закрученного вихря, причем при изменении знака вектора дифракции или вектора Бюргерса

изменяется направление вращения вихря. В случае малого поглощения изображение состоит из двух систем вихрей, закрученных в противоположные стороны. С увеличением поглощения одна из систем довольно быстро исчезает. На рис.3.15 показаны изображения дислокаций, рассчитанные на ЭВМ для двух значений коэффициента поглощения, и соответствующее распределение волнового поля в плоскости рассеяния. Из анализа расчетных картин видно, что изображение возникает в результате отражения блоховских волн в области первичного пучка с ближним полем дислокации и последующей интерференции отраженных волн со старым волновым полем внутри треугольника Бормана.

Так как дополнительная разность фаз для траекторий, идущих вблизи направления первичного пучка, практически близка к нулю (см.рис.3.11), отраженные в этой области блоховские волны приобретают дополнительную разность фаз, пространственное распределение которой отражает характер упругого поля искажений вблизи дислокаций. Поэтому сформированное в результате интерференции отраженных и прошедших волн на выходной поверхности изображение является своеобразной голограммой на блоховских волнах. Естественно, что по такой голограмме может быть восстановлено и само упругое поле, на котором происходило рассеяние блоховских волн.

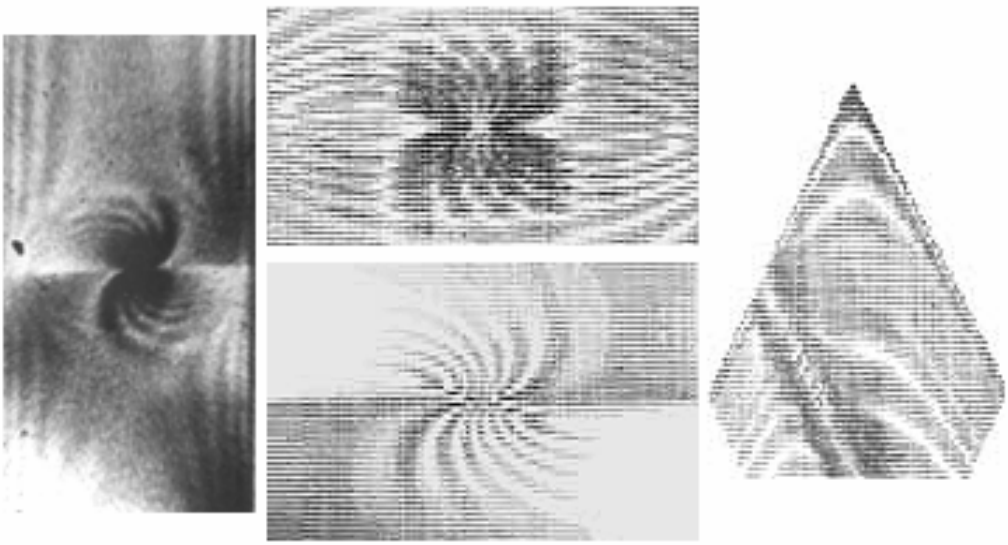


Рис.3.16. а) - Секционное изображение винтовой дислокации, ось которой параллельна вектору отражения (606). Излучение MoKα, μt=0,58, **(gb)***=24; б)- Рассчитанные на ЭВМ изображения дислокаций для случая* **(gb)***=24, μt=0.5; то же для μt=5.0; в) - распределение волнового поля в треугольнике Бормана вблизи дислокации.*

Эффекты каналирования и внутреннего отражения блоховских волн в изображении дислокаций. Теоретическими [60,61], а затем и экспериментальными исследованиями, было установлено, что дефекты упаковки в ряде случаев могут проявлять свойства зеркала и даже волновода для рентгеновских блоховских волн. Выше уже отмечалось, что ближнее поле дислокаций в некоторых случаях проявляет себя так же, как и дефект упаковки. Естественно поэтому ожидать, что ближнее поле дислокаций может в некоторых случаях служить своеобразными зеркалами или даже волноводами для блоховских волн. В качестве примера рассмотрим случай тонкого кристалла, причем ось дислокации перпендикулярна входной поверхности кристалла и расположена на вертикальной оси треугольника Бормана. На

рис.3.17 показаны экспериментальная топограмма и соответствующий расчет волнового поля и секционной топограммы на ЭВМ. Приведенные результаты убедительно подтверждают, что ближнее поле дислокации в данном случае работает как волновод. При этом, как видно из экспериментальной топограммы, поле в соседних с дислокацией участках в плоскости рассеяния заметно ослабляется. Это указывает на то, что основная часть энергии волнового поля концентрируется в канале волновода на оси дислокации.

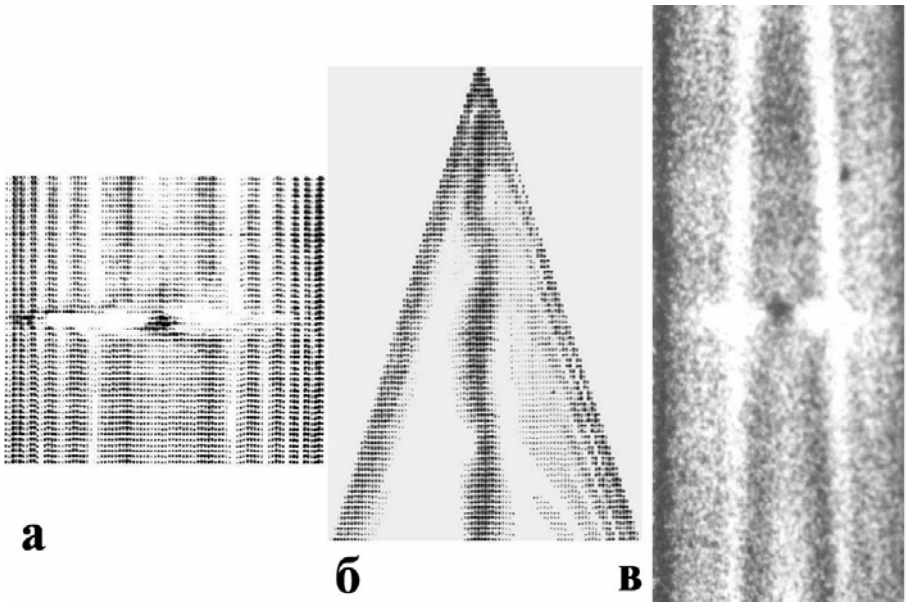


Рис.3.17. а)- Рассчитанное на ЭВМ изображение дислокации, перпендикулярной поверхности образца; б) - распределение волнового поля в плоскости рассеяния; в) - Секционное изображение 60-градусной дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации [110], вектор Бюргерса [011], вектор дифракции [224]. Излучение MoKα, μt=0,5. Дислокация расположена в середине треугольника Бормана [62].

Если ось дислокации сместить из середины треугольника Бормана, то волновое поле, распространяющееся в плоскости рассеяния, отразится от области ближнего поля дислокации и начнет интерферировать со старым полем. На рис.3.17 приведены экспериментальная топограмма и рассчитанная на ЭВМ картина волнового поля в плоскости рассеяния. В пространстве за дислокацией по ходу первичного пучка наблюдается ослабление интенсивности, связанное с тем, что часть волнового поля отражается в области ближнего поля дислокации, как в зеркале. На экспериментальной и рассчитанной картинах хорошо видны дополнительные осцилляции поля в плоскости рассеяния, вызванные отраженными экстинкционными контурами. Таким образом, рассмотренный пример показывает, что ближнее поле дислокации в данном случае является своеобразным полупрозрачным зеркалом, частично отражающим блоховские волны, распространяющиеся в треугольнике Бормана.

Рассмотрим, наконец, еще один случай, когда отражение блоховских волн определяет структуру дифракционного изображения дислокаций. Выше уже отмечалось, что бормановское изображение дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла, отличается от вида поля локальных разориентаций. На рентгеновском изображении дислокации на рис.3.13 наряду с основными деталями, определяемыми розеткой равных разориентаций

отражающих плоскостей, наблюдаются еще длинные узкие горизонтальные лепестки разных знаков, которые, как оказалось, формируются в результате отражения блоховских волн разного типа в области сильных искажений вблизи оси дислокаций и последующего поглощения волн нормального типа.

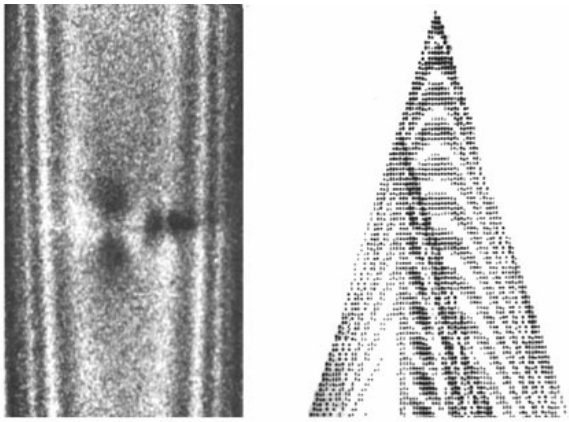


Рис.3.18. а)-Изображение 60-градусной дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации смещена на 1/4 ширины треугольника Бормана из его середины. (Остальные данные те же, что и на рис.3.16б); б)-Распределение интенсивности в плоскости рассеяния для случая дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации смещена из центра треугольника Бормана.

Природа теневого изображения дислокаций в условиях аномального прохождения рентгеновских лучей. В поглощающих кристаллах, когда до выходной поверхности доходит только одна слабо поглощающаяся блоховская волна, изображение дислокаций на рентгеновских топограммах имеет вид светлой тени, окаймленной с одной стороны более темным по сравнению с фоном ореолом. Ширина тени и ее форма существенным образом зависят от ориентации в треугольнике Бормана. В случае дислокаций, наклонных к поверхности выхода, контраст может иметь осциллирующий характер.

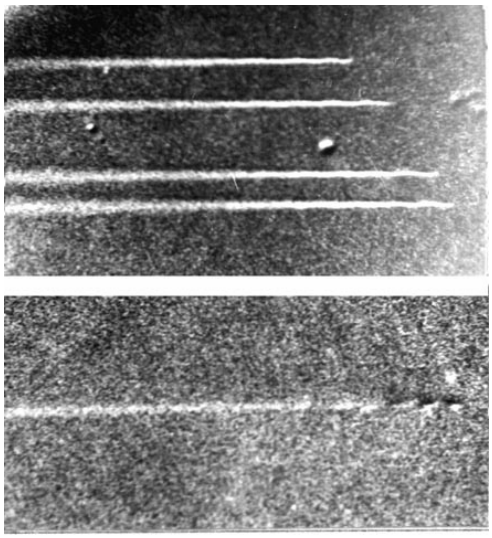


Рис.3.19. Рентгеновское изображение 60-градусных дислокаций в клиновидном кристалле. Ось дислокаций [101], входная поверхность образца (111), излучение CuK_α, $\mu t = 5 \div 13$ (по клину).
а) - дислокации в общем положении. Вектор отражения [220]; б) - дислокация в особом положении. Вектор отражения [202] [50].

Соответствующий пример приведен на рис.3.19. Дислокационный контраст имеет здесь вид кометы (см.рис.3.19а) с осцилляциями интенсивности в области подхода дислокации к поверхности выхода. Если ось дислокации параллельна вектору дифракции (см.рис.3.19б), ширина ее изображения не зависит от глубины залегания. Исключение составляет лишь область вблизи выхода дислокации на поверхность кристалла, где контраст осциллирует. Для объяснения этого типа изображения

предлагались различные механизмы [50]. Среди них следует назвать абсорбционный механизм, связанный с аномально высоким поглощением в сильно искаженной области дислокационного поля, и механизм, обусловленный выталкиванием траекторий блоховских волн из области сильных дислокаций. Однако, как показали исследования последних лет [51,52], определяющую роль в формировании теневого контраста играет механизм перекачки энергии из аномально проходящей блоховской волны в нормальную за счет межзонного рассеяния в сильно искаженной области. Если толщина части кристалла, расположенной над дислокацией, достаточно велика, до дислокации дойдет лишь одна слабо поглощающаяся блоховская волна, и в сильно искаженной области вблизи ядра дислокации она испытывает межзонное рассеяние. В результате возбуждается новое волновое поле, состоящее из двух типов блоховских волн, которое в дальнейшем распространяется в практически совершенной решетке. Естественно поэтому, что в области выхода дислокации на поверхность кристалла, то есть в том месте, где существуют две блоховские волны, происходит интерференция и наблюдаются экстинкционные модули. С увеличением расстояния от дислокации до выходной поверхности образца сильно поглощающаяся волна быстро затухает, соответственно затухают осцилляции изображения и остается одна блоховская волна, ослабленная межзонным рассеянием. Величина интегральной яркости контраста в этом случае должна сильно зависеть от четности величины **(gb)**, так как фаза дифрагированной блоховской волны в ближнем поле дислокации меняется скачком на величину π**(gb)**. Поэтому для нечетных значений **(gb)** аномально проходящая волна в ближнем поле дислокации превращается в нормальную, что и приводит к снижению интенсивности под дислокацией, в то время как для четных **(gb)** скачок фазы кратен 2π, межзонное рассеяние при этом не возникает, и интенсивность в центре профиля под дислокацией практически равна фоновому значению. На рис.3.20 приведены профили изображения дислокаций, рассчитанные для различных значений **(gb)** на основе межзонного механизма.

Экспериментальные исследования величины контраста для дислокаций различного типа и различных значений вектора дифракции блестяще подтвердили межзонный механизм формирования теневого контраста [52]. Было установлено, что наиболее устойчивой характеристикой типа дислокаций, не зависящей от геометрии эксперимента, является интегральная яркость изображения. На основе этой модели была разработана методика идентификации типа дислокаций по величине интегральной яркости контраста. Здесь следует подчеркнуть, что для случая теневого изображения, возникающего в условиях аномального прохождения, этот метод определения типа дислокаций является практически единственным, так как использовать правила погасаний контраста обычно не удается из-за ограниченного набора возможных отражений.

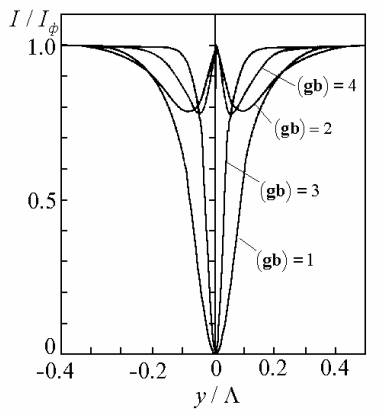


Рис.3.20. Профили теневого бормановского изображения дислокаций с различными значениями ***(gb)****, рассчитанные для случая плоской падающей волны.*

Выше были рассмотрены различные типы дислокационного контраста, обсуждались различные дифракционные механизмы, ответственные за образование дифракционного изображения. Было показано, что механизмы, определяющие формирование изображения в области дальнего и ближнего поля, имеют совершенно разную физическую природу. Если в области дальнего поля, где градиенты деформаций невелики и рентгеновское волновое поле успевает приспосабливаться к изменениям кристаллической решетки, основной причиной контраста является смещение и деформация траекторий блоховские волн, и, следовательно, механизмами, формирующими изображение, являются экстинкционно-фазовые, абсорбционные и амплитудные эффекты, то вблизи ядра, где дислокационное поле меняется резко, основной физической причиной контраста является межзонное рассеяние блоховских волн и связанные с ним эффекты фокусировки, каналирования и отражения блоховских волн.

3.4. ЛИТЕРАТУРА

1. B.K.Tanner, M.A.Phil.
X-Ray Diffraction Topography
Pergamon Press,Nev-Jork,1966,p.763.

2. Уманский Я.С.,
Рентгенография металлов,
Москва,Металлургия,1967,с.236

3. С.Амелинкс,
Методы прямого наблюдения дислокаций,
Москва, Мир,1968

4. A.P.Turner ,T.Vreeland, D.P.Pope,
Experimental Techniques for Observaing Dislocations by Berg-Barrett Method,
Acta Cryst.1968,A24,4,452-458

5. A.R.Lang,
The Projection Topograph. A New Method in X-ray Diffraction Micrography,
Acta Gryst.12,249-250,(1959)

6. U.Bonse,
Zur Rontgenographischen Bestimmung des Typs Einzelner Versetzungen in Einkristallen
Z.Phys.153,2.278-296,(1958)

7. K.Kora,
An Application of Assimmetric Reflection for Obtaining X-ray Beams of Extremely Narrow Angular Spread,
J.Phys.Soc.,1962,17,589-590

8. K.Kora, S.Kikuta,
A method of Obtaining an Extremely Parallel X-ray Beam by Successive Asymmetric Diffractions and its Applications,
Acta Cryst.,1968, A24,200-205

9. A.Authier,
Contrast of Dislocation images in X-ray Transmission Topography,
Adv. X-Ray Analists,10,9-31,1967.

10. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении,
под редакцией С.Амелинкса,
Москва, Металлургия,1984

11. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский,
Проблема изображения в ренгеновской оптике,
УФН,107,2,126 229-265(1972)

12. Jun-ichi Chikawa, I.Fujimoto,T.Abe
X-ray Topographic Observation of Muving Dislocations in Silicon Crystals,
Appl.Phys.Lett.,21,6,296-298,1972

13. Jun-ichi Chikawa,
Technique for the Video Disply of X-ray Topographic Images and its Application to the Study of Crystal Growth,
J.Crys.Growth,24,25,61-68,1974,

14. В.Н.Игнал, Л.Л.Гаврилова,

Опыт применения рентгентелевизионной топографической установки для наблюдения изображения дефекторв кристаллов в условиях аномального прохождения рентгеновских лучей,
Зав.Лаб.53,9,60-63,(1987)

15. Э.Роув, Дж.Уивер
Использование синхротронного излучения,
УФН, 1978,126,2,269-286

16. T.Tuomi, K.Naukkarinen, P.Rabe
Use of Synchrotron Radiation in X-ray Diffraction Topography,
Phys.Stat.Sol.(a)1974,25,1,93-106

17. Л.Н.Данильчук, Т.А.Смородина.
Наблюдение полей напряжений вокруг отдельных лислокаций методом аномального прохождения рентгеновских лучей,
ФТТ,7,4,1245-1247,1965.

18. Л.Н.Данильчук, А.И.Георгиев.
Рентгеновское наблюдение переходного слоя при эпитаксиальном росте германия,
Крист.11,2,349-352,1966.

19. Л.Н.Данильчук, В.И.Никитенко.
Прямое наблюдение винтовых дислокаций, перпендикулярных поверхности монокристаллов кремния,
ФТТ,9,7,2027-2034,1967.

20. 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

21. С.Ш.Генделев, Л.М.Дедух, В.И.Никитенко, В.И.Половинкина, Э.В.Суворов,
Рентгенодифракционное изучение реальной атомно-кристаллической и доменной структур монокристаллов ИЖГ, выращенных из раствора в расплаве,
Известия АН СССР,38,серия физическая,11,2428-2430,1974

22. S.Takagi,
Dynamical Theory of Diffraction Applicable to Crystals With Any Kind of Small Distortion,
Acta Cryst.15,10,1311-1312,1962.

23. D.Toupin,
Prevision de Quelques Images de Dislocations Par Transmission des Rayens X (Cas de Laue Symetrique),
Acta Cryst.23,1,25-35,1967.

24. F.Balibar, A.Authier,
Etude Theorique et Experimentale du Contraste des Images de Dislocations,
Phys.Stat.Sol.21,2,413-422,1967.

25. Y.Epelboin,
Problem in the Numerical Calculation of the Contrast of Defects in X-ray Traverse Topographs,
Acta Cryst.A33,1,758-767,1979.

26. Y.Epelboin,
Contribution of Diffraction to the Contrast of Dislocation in X-ray Topography,
Acta Cryst.A35,1,38-44,1979.

27. J.R.Patel,
Computer-Simulation Methods in X-ray Topography,
Acta Cryst.A35,1,21-28,1979.

28. F.N.Chukovskii, A.A.Shtolberg,
On the Dynamical Theory of X-ray Images of Real Crystals,
Phys.Stat.Sol.,41,2,815-825,1970.

29. A.Authier,
Etude de la Transmission Anomale des Rayons X Dans des Cristaux de Silicium,

Bull.Soc.Franc.Mineral.Cryst.,84,51-89,1961.

30. A.Authier, F.Balibar, Y.Epelboin.
Theoretical and Experimental Study of Interbranch Scattering Observed near a Dislocation Line in X-ray Topography,
Phys.Stat.Sol.41,3,225-238,1970.

31. N.Kato,
Dynamical Diffraction Theory of Waves in Distorted Crystals. I.General Formulation and Treatment for Perfect Crystals,
Acta Cryst.16,1,276-281,1963.

32. N.Kato,
Dynamical Diffraction Theory of Waves in Distorted Crystals. II.Perturbation Theory,
Acta Cryst.,16,282-290,1963

33. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. I.Fermat's Principle for Bloch Waves,
J.Phys.Soc.Japan, 18,12,1785-1791,1963;

34. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. II.Application to Two-Beam Cases,
J.Phys.Soc.Japan, 19,1,67-77,1964;

35. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. III.Application to Homogeneously Bent Crystals,
J.Phys.Soc.Japan, 19,6,971-985,1964.

36. J.R.Patel, N.Kato,
X-ray Dynamical Diffraction Effects of Oxid Films on Silicon Substrates,
Appl.Phys.Lett.13,1,40-42,1968.

37. N.Kato, J.R.Patel, Y.Ando,
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. I.Theory and Computational Procedures,
J.Appl.Phys.,44,3,965-970,1973

38. J.R.Patel, N.Kato
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. II.Pendellosung Fringes: Comparision of Experiment With Theory,
J.Appl.Phys.,44,3,971-977,1973

39. Y.Ando, J.R.Patel, N.Kato
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. III.Intensity Distribution,
J.Appl.Phys.,44,10,4405,1973.

40. Ф.Н.Чуховский, А.А.Штольберг,
Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на дислокациях,
ЖЭТФ,64,3,1033-1041,1973.

41. 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.

42. V.L.Indenbom, V.I.Nikitenko, E.V.Suvorov, V.M.Kaganer.
Section Topography as Single-Crystal Interferometry,
Phys.Stat.Sol. (a)46,1,379-386,1978.

43. E.V.Suvorov, O.S.Gorelik, V.M.Kaganer, V.I.Indenbom.
Shape of Extinction Fringes and Determination of the Burger Vector in Single-Crystal Interferometric Techniques,
Phys.Stat.Sol.(a)54,1,29-35,1979.

44. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский.
Геометрическая оптика рентгеновских лучей,
Крист.16,6,1101-1109,1971.

45. В.Л.Инденбом, В.А.Чамров.
Однолучевая электронная микроскопия,
Крист.25,3,465-472,980.

46. E.V.Suvorov, V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislocations in the Case of Extinction Contrast,
Phys.Stat.Sol.,(a)1974,26,386-395

47. Э.В.Суворов, О.С.Горелик, Р.Р.Пономарева,
Исследование тонкой структуры рентгеновского дифракционного изображения дислокаций в однокристальном интерферометре,
Кристаллография,1976,21,6,1151-1157

48. V.L.Indenbom, V.I.Nikitenko, E.V.Suvorov, V.M.Kaganer,
Section Topography as Single-Crystal Interferometry,
Phys.Stat.Sol.,(a)1978,46,379-386

49. E.V.Suvorov, V.I.Nikitenko, K.Yu.Mukhin,
On the Possibilities of X-ray Focussing to Study Dislocation Microstress Fields,
Phys.Stat.Sol.,(a)1978,50,213-219

50. И.Л.Шульпина, Л.И.Даценко.
Об изображении линейных дефектов в методе аномального прохождения рентгеновских лучей,
Укр.физ.журнал,12,9,1474-1482,1967.

51. В.И.Альшиц, В.Л.Инденбом, И.А.Русакова.
Эйкональное приближение в теории электронно-микроскопического изображения и его обобщения,
Крист.22,6,1157-1165,1977.

52. E.V.Suvorov, V.L.Indenbom, O.C.Gorelik, I.A.Rusakova,V.A.Chamrov.
Dislocation Contrast in the Case Anomalous X-ray Transmission,
Phys.Stat.Sol.(a)60,27,27-35,1980.

53. В.Л.Инденбом, И.Ш.Слободецкий, К.Г.Трунин.
Рентгеновский интерферометр с узким пучком,
ЖЭТФ,66,36,1110-1120,1974.

54. Э.В.Суворов, В.И.Половинкина.
Экспериментальное обнаружение явления дифракционной фокусировки рентгеновских лучей,
Письма в ЖЭТФ,20,5,326-329,1974.

55. В.Л.Инденбом, Э.В.Суворов, И.Ш.Слободецкий
Дифракционная фокусировка рентгеновских лучей,
ЖЭТФ,71,19.0,359-369,1976.

56. N.Kato, K.Usami, T.Katagava,
The X-ray Diffraction Image of a Stacking Fault,
Adv. X-ray Analysis 10,46-66,1967.

57. A.Authier, A.D.Milne, M.Sauvaga.
X-ray Dynamical Contrast of a Planar Defect,
Phys.Stat.Sol.,26,2,469-484,1968.

58. A.Authier,
Contrast of a Stacking Fault on X-ray Topographs,
Phys.Stat.Sol.,27,1,77-93,1968.

59. A.Authier, J.R.Patel,
X-ray Topography Determination of the Intrinsic or Extrinsic Nature of Stacking Faults,
Phys.Stat.Sol.(a),27,1,213-222,1975.

60. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский, И.Ш.Слободецкий.
Рентгеновское изображение дефекта упаковки перпендикулярногоповерхности кристалла,
Крист. 19,1,35-53,1974.

61. V.L.Indenbom, I.Sh.Slobodetskii.

Image of a Stocking Fault,
Phys.Stat.Sol.(b)71,3,751-756,1975

62. E.V.Suvorov, V.L.Indenbom
X-Ray Diffraction Contrast
Proc. 4-th International Specialists School on Crystal Growth, Suzdal (USSR),1980,229-250

ГЛАВА 4
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

4.1. ВВЕДЕНИЕ

Идея первого электронного микроскопа с магнитными линзами была высказана, а затем и осуществлена Кнолем и Руска в 1931 году. Физической основой этой фундаментальной работы послужил целый ряд выдающихся открытий, сделанных, начиная с конца прошлого столетия. Перечислим хотя бы некоторые из работ того периода: открытие катодных лучей, электронов, определение их заряда (J.Thomson,1897); Исследование взаимодействия электронных пучков с магнитными полями и открытие магнитной фокусировки (H.Busch,1926); открытие волновой природы материи (L.de-Broglie,1924); открытие явления дифракции электронов (C.Davisson, L.Germer G.Thomson,1927); создание теории динамической дифракции электронов (H.Bethe,1928). Этот список можно было бы легко продолжить.

В 1934 году была опубликована работа (L.Marton), в которой приведены первые электронно-микроскопические снимки биологических объектов. На первом этапе электронная микроскопия применялась в основном для наблюдения биологических объектов, причем для интерпретации снимков использовался лишь адсорбционный контраст. Однако, появление метода реплик - отпечатков, сделанных с поверхности (H.Mahl,1940; C.Hall,1956), и особенно декорирование их металлами (H.Muller,1942) позволило успешно изучать неорганические материалы - сколы и изломы кристаллов. Примерно с начала 50-х годов начинаются интенсивные попытки исследования тонких фольг материалов на просвет. Это стало возможным в результате существенного повышения до *100kv* ускоряющего напряжения в электронных микроскопах. По-видимому, первой успешной в этом плане работой явилось наблюдение дислокаций и дефектов упаковки в металлических фольгах (P.Hirsch,1956). Для интерпретации наблюдаемого контраста авторам в дальнейшем пришлось использовать результаты динамической дифракции электронов, разработанной ранее (H.Bethe,1928). С этого периода начинается бурное развитие электронно-микроскопической техники, появляются разнообразные методики приготовления тонких фольг, интенсивно развивается теория дифракционного контраста. Электронная микроскопия находит все более широкое применение в физическом материаловедении. Одной из важнейших причин этого по-видимому является уникальная возможность наблюдать в одном эксперименте, как изображение объекта в реальном пространстве, так и его дифракционную картину. Поэтому ЭМ является наиболее подходящим и привлекательным методом исследования структуры сложных кристаллических объектов.

Постоянное совершенствование электронных микроскопов дало возможность к настоящему времени довести разрешение по точкам в рядовых приборах до *0.3-0.5нм*. Это позволяет вплотную подойти к интереснейшей проблеме - непосредственному наблюдению стуктуры дефектов кристаллической решетки на атомном уровне.

В 1947 году появилась первая статья (H.Boerch) в которой наблюдался контраст единичных атомов и атомных образований в кристаллах и обсуждались идеи фазового контраста. В 1949 году O.Scherzer опубликовал работу в которой обсуждался фазовый сдвиг приобретаемый электронами при прохождении кристалла. Позже эта проблема была детально изучена целым рядом авторов (1955 R.Uyeda, 1965 R.Heidenreich, 1965 Y.Kamiya). Было установлено, что наибольший вклад в фазовые ошибки вносит сферическая аберрация. Тщательный анализ фазовых сдвигов приобретаемых электронами показал, что при определенных условиях их величина может быть скомпенсирована правильным выбором отрицательного значения дефокусировки. Этот вывод имел огромное значение для последующего развития электронной микроскопии высокого разрешения, так как именно на этом пути были получены наибольшие экспериментальные успехи.

Последние два десятилетия различными фирмами, выпускающими электронные микроскопы, велись целенаправленные работы по улучшению разрешения по точкам. По-видимому, наибольшие успехи здесь достигнуты Японской фирмой JEOL, освоившей несколько лет назад серийный выпуск серии приборов JEM-4000 с разрешением *0.12-0.15нм*. На этих приборах к настоящему времени накоплен большой экспериментальный материал по прямому наблюдению структуры дислокаций, дефектов упаковки, двойниковых границ, большеугловых границ, структурных модуляций и пр. на атомном уровне.

Ниже рассмотрены некоторые аспекты получения высокого разрешения в электронной микроскопии. Электронный микроскоп высокого разрешения очень близок по идеологии к оптическому фазово-контрастному микроскопу. Поэтому целесообразно начать рассмотрение с напоминания некоторых наиболее существенных характеристик оптического микроскопа.

4.2. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

4.2.1. ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Для описания основных процессов, происходящих, при формировании изображения в микроскопе, удобно воспользоваться классической схемой оптического микроскопа. На рис.4.1 показана схема простейшего трехлинзового прибора, работающего на просвет. Для освещения объекта должен быть сформирован определенным образом световой поток (параллельный или сходящийся пучок). Эта задача решается при помощи апертурной диафрагмы, вырезающей необходимую часть светового пучка источника света, и специальной линзой (в более общем случае системы линз), называемой конденсорной линзой или просто конденсором. Апертурная диафрагма, ограничивающая световой поток, называется апертурной диафрагмой конденсора. Сформированный таким образом световой пучок проходит далее еще через одну диафрагму, ограничивающую освещаемое поле объекта. Поэтому эта диафрагма называется полевой. Наблюдаемый объект рассеивает свет, который далее попадает в объективную линзу (в более общем случае систему линз, называемую объективом), в плоскости изображения которой формируется первое увеличенное изображение объекта. Это изображение может затем наблюдаться при помощи окулярной линзы или проектироваться на экран проекционной линзой. Качество изображения определяется главным образом параметрами объективной линзы [1-8].

Рассмотрим основные характеристики, которыми должна обладать объективная линза. Основной функцией объективной линзы является создание действительного увеличенного изображения образца в плоскости объекта окулярной или проекционной линзами. Увеличение объективной линзы определяется отношением размера промежуточного изображения, которое она формирует, к истинному размеру объекта. Увеличение объективных линз оптических микроскопов может составлять от нескольких единиц до сотни. Полное увеличение такой системы определяется выражением

$$K = \frac{H}{h} = \frac{D \cdot \Delta}{f_1 \cdot f_2} \qquad (4.1)$$

Здесь f_1, f_2 - фокусные расстояния объективной и окулярной линз, Δ - расстояние между фокусами этих линз, D - расстояние наилучшего зрения. Например, если для типичного случая $f_1=2mm$, $f_2=15mm$, $\Delta=1,0mm$, $D=250mm$, коэффициент увеличения такого микроскопа $K=1335$.

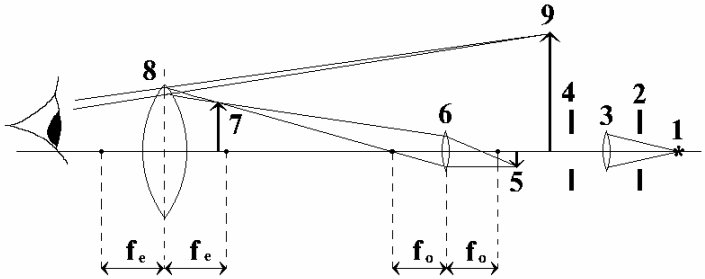


Рис.4.1.Оптическая схема трехлинзового оптического микроскопа. 1-источник света, 2-апертурная диафрагма конденсора, 3-конденсорная линза, 4-полевая диафрагма, 5-объект, 6-объективная линза, 7-первое увеличенное действительное изображение, 8-окулярная линза, 9-второе увеличенное мнимое изображение.

Объектив может собрать лишь часть света, рассеиваемого образцом, ограниченную конусом, образованным диаметром линзы и расстоянием между плоскостью линзы и образцом. Эта особенность линзы называется числовой апертурой линзы и характеризует способность линзы собирать световые пучки. Числовая апертура определяется формулой

$$A = n \cdot \sin\beta, \qquad (4.2)$$

где n - показатель преломления среды, располагаемой между поверхностью объективной линзы и объектом, β - половина апертурного угла при вершине конуса светового потока, собираемого линзой.

Одной из наиболее важных характеристик объектива является разрешающая способность линзы, т.е. свойство линзы разрешать близко расположенные детали образца. Иными словами, разрешающая способность объективной линзы - это наименьшее расстояние между двумя точками объекта, при котором эти точки на изображении разрешаются как две отдельные точки. Предельная разрешающая способность линзы определяется дифракционными свойствами линзы и может быть записана в виде

$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A}, \qquad (4.3)$$

где λ - длина волны света, используемого для освещения объекта, а A - числовая апертура объективной линзы.

Другой характеристикой линзы является глубина резкости. Она характеризует величину смещения образца вдоль оптической оси, которое может быть произведено без заметного ухудшения фокусировки изображения. Глубина резкости обратно пропорциональна квадрату числовой апертуры т.е. $1 / A^2$, а это означает, что при значительных неровностях поверхности образца целесообразно использовать объективы с малой числовой апертурой.

Наряду с дифракционными ограничениями разрешающую способность линз ухудшают различного рода дефекты, называемые в оптике аберрациями. Наиболее распространенными считаются пять типов аберраций: *сферическая* и *хроматическая* аберрации, *астигматизм, кома*, и *дисторсия.* На рис.4.2 схематически показано, как образуются эти типы ошибок в передаче изображений линзами.

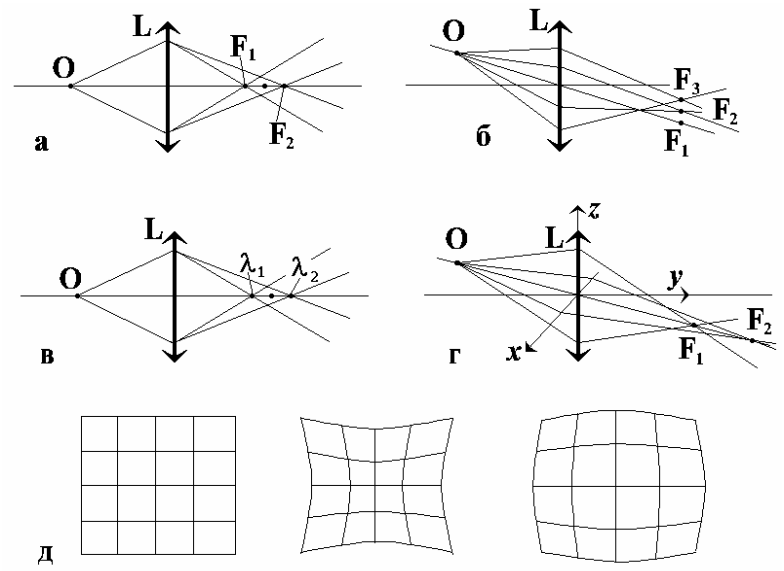


Рис.4.2. Аберрации линз. а)-сферическая аберрация, б)-кома, в)-хроматическая аберрация, г)-астигматизм, д)-дисторсия.

Сферическая аберрация обусловлена тем, что лучи, проходящие через участки линзы, расположенные на различных расстояниях от оптической оси, фокусируются на различных расстояниях от центра линзы, т.е. имеют слегка отличные фокусные расстояния. Поэтому фокус линзы будет размыт вдоль оптической оси. Это главный дефект объективных линз, в особенности в электронной микроскопии. Если рассматривать изображения точек образца, располагающихся на некотором расстоянии от оптической оси линзы, то изображения их будут размытыми даже в случае полной компенсации сферической аберрации. Такие искажения получили название *кома.*

Хроматическая аберрация возникает в случае освещения объекта немонохроматическим светом. Световые лучи более короткой длины волны преломляются меньше, чем лучи более длинноволновые, отсюда возникает цветовое размытие фокуса вдоль оптической оси.

Более сложным видом искажений является *астигматизм.* Он обусловлен нарушением осевой симметрии линзы и приводит к отличию фокусных расстояний для лучей, проходящих в плоскости рисунка, и лучей, располагающихся в перпендикулярной плоскости. Искажения этого типа особенно существенны для электронной микроскопии, т.к. изготовить магнитную линзу (диаметры полюсных сердечников такой линзы могут составлять *10см*. и более) с высокой степенью осевой симметрии достаточно сложно.

И, наконец, аберрация, называемая *дисторсией,* возникает, когда отдельные точки объекта, располагающиеся на разных расстояниях от оптической оси, имеют разное увеличение. В случае, когда увеличение уменьшается с увеличением расстояния от оптической оси, дисторсия называется бочковидной, в противоположном случае - подушковидной.

В оптической микроскопии перечисленные виды аберраций в значительной степени удается скорректировать высоким качеством изготовления оптики и применением специальных сложных объективов

(ахроматические, апохроматические). Однако, полностью исправить все аберрации линз практически невозможно.

В зависимости от характера освещения объекта различают два типа микроскопов - микроскопы, работающие с прозрачными объектами, их называют просвечивающими (иногда биологическими), и приборы, предназначенные для изучения непрозрачных объектов, называемые обычно отражательными (иногда металлографическими). В современных универсальных приборах эти возможности обычно совмещаются в виде двух режимов освещения - "на просвет" и "на отражение". На рис.4.3 показана классическая схема микроскопа предназначенного для работы на отражение.

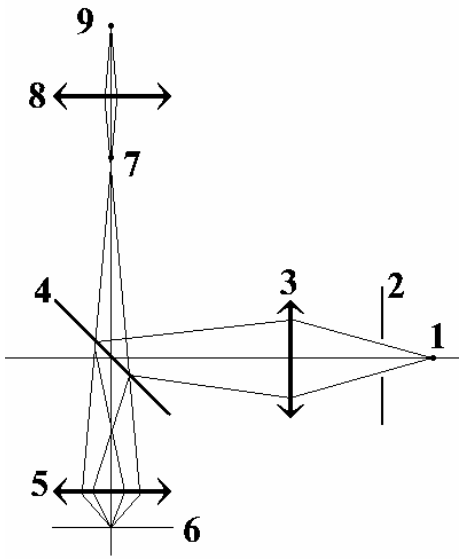


Рис.4.3. Схема металлографического микроскопа. 1-источник света; 2-апертурная диафрагма конденсора; 3-конденсорная линза; 4-полупрозрачное зеркало; 5-объектив; 6-плоскость объекта; 7-плоскость первого изображения; 8-окуляр; 9-плоскость второго изображения.

В зависимости от решаемых задач могут использоваться различные источники света: различной степени яркости, моно- и полихроматические, плоско-поляризованные и с более сложной структурой света, ультрафиолетовые и инфракрасные и пр. Для этих целей применяются лампы накаливания с вольфрамовой нитью (в виде плоской ленты или спирали), ксеноновые, циркониевые, ртутные и дуговые лампы, каждая из которых имеет и свои преимущества, и определенные недостатки, а их выбор определяется конкретной исследовательской задачей.

Характер контраста и его качество существенным образом зависят от выбора режима и правильности настройки освещения. В зависимости от способа освещения различают два типа контраста - светлопольный и темнопольный. Если прямые лучи светового потока от источника, освещающего объект, близки по направлению к оптической оси прибора - такое освещение называют светлопольным.

В целом ряде случаев для усиления контраста применяется метод косого освещения, которое может быть достигнуто смещением оси конденсора относительно оптической оси микроскопа, или (как это обычно делается) некоторым смещением апертурной диафрагмы конденсора относительно главной оси.

Наиболее часто для усиления контраста используется другой прием - метод темного поля. Для осуществления этого вместо апертурной диафрагмы

конденсора помещается кольцевая диафрагма, которая и является в данном случае кольцевым источником освещения образца. Контраст, получаемый при темнопольном освещении, является обратным по отношению к контрасту, формируемому в светлом поле, а именно, детали структуры, кажущиеся светлыми в светлом поле, становятся темными в темном поле и, наоборот, детали структуры, которые выглядят темными в светлом поле, будут светлыми в темном поле. Сказанное выше, схематически проиллюстрировано на рис.4.4. Следует подчеркнуть, что разрешающая способность при этом не меняется, однако детали структуры, которые в светлом поле имеют слабую контрастность, могут в ряде случаев становиться более контрастными в темном поле.

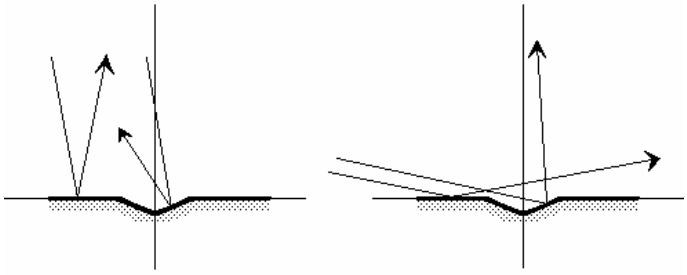


Рис.4.4. Схема, иллюстрирующая образование светлопольного и темнопольного контраста.

4.2.2. ТИПЫ КОНТРАСТА (АМПЛИТУДНЫЙ И ФАЗОВЫЙ КОНТРАСТ)

Контраст различных деталей объекта может формироваться в результате действия нескольких факторов. На рис.4.4 был показан случай, когда контраст образуется за счет лучей, отраженных от участков образца, различным образом ориентированных относительно оптической оси микроскопа. В некоторых случаях контраст может формироваться в результате различия коэффициентов поглощения или отражения различных участков образца. Все эти случаи относятся к, так называемому, амплитудному контрасту. В целом ряде случаев [1-8] контраст формируется за счет изменения фазы лучей, рассеянных образцом, как, например, при отражении от объекта, имеющего на своей поверхности небольшую ступеньку (см. рис.4.5а), или когда образец состоит из участков (биологические объекты), имеющих различные коэффициенты преломления (см. рис.4.5б). Такой контраст получил название фазового контраста. Именно этот случай контраста играет большую роль в электронной микроскопии.

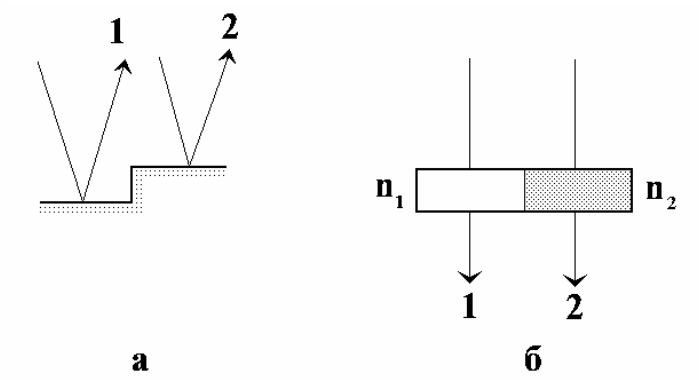


Рис.4.5. Схема формирования фазового контраста.

Рассмотрим этот случай более подробно. Пусть для определенности объект имеет вид, показанный на рис.4.5а. Если объект освещается плоской волной $E = E_0 \cdot sin\omega t$, то после отражения от образца будут две волны: волна, отраженная от участка *1,* будет иметь вид $E_1 = E_0 \cdot sin\omega t$, волна, отраженная от участка *2* - $E_2 = E_0 \cdot sin(\omega t - \Delta\varphi)$. Ясно, что мы не увидим контраста на этой ступеньке, т.к. это отражается только на изменении фазы волны, а при наблюдении в окуляр регистрируется интенсивность волны $I = |E|^2$. Для того, чтобы зарегистрировать такой контраст, необходимо изменение в фазе волны каким-то образом преобразовать в изменение амплитуды, т.е., другими словами, произвести фазовое детектирование. Впервые эта задача была решена в 1934 году Цернике. На рис.4.6 показан принцип такого преобразования.

Будем считать, что изменение фазы, приобретаемое лучом, при отражении от объекта мало $\Delta\varphi << 1$, речь идет о "тонком фазовом объекте". Положим также, что фаза зависит от координаты точки на поверхности образца, т.е. $\Delta\varphi(x)$. Тогда амплитуда волны, отраженной от поверхности образца, будет также зависеть от координат точки образца и отображать рельеф поверхности в изменениях фазы

$$E(x) = E_0 \cdot \mathbf{sin}\left(\omega t - \Delta\varphi(x)\right) \tag{4.4}$$

Это выражение можно преобразовать

$$E(x) = E_0 \cdot \mathbf{sin}\omega t \cdot \mathbf{cos}\left(\Delta\varphi(x)\right) - E_0 \cdot \mathbf{sin}\left(\Delta\varphi(x)\right) \cdot \mathbf{cos}\omega t, \tag{4.5}$$

или учитывая малость фазы

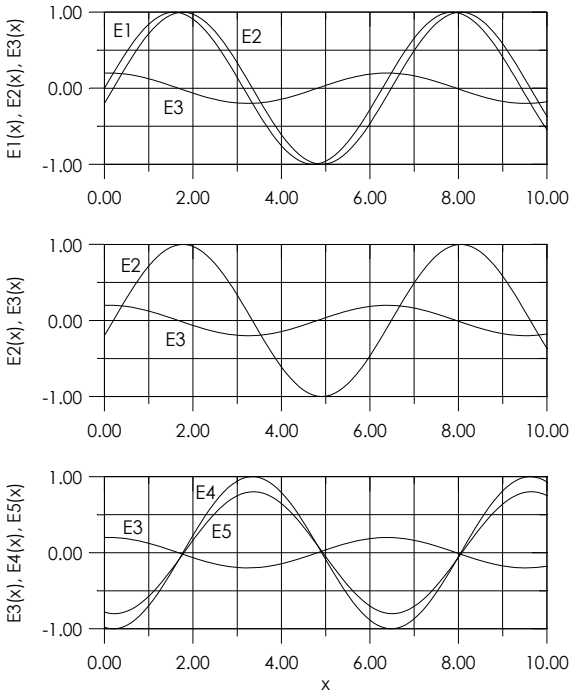
$$E(x) \approx E_0 \cdot \mathbf{sin}\omega t - E_0 \cdot \Delta\varphi(x) \cdot \mathbf{cos}\omega t \tag{4.6}$$

Первое слагаемое по существу представляет собой падающую волну, а второе слагаемое несет информацию о поверхности образца. Для вычисления амплитуды волны *E(x)* необходимо изменить $\mathbf{cos}\omega t$ на $\mathbf{sin}\omega t$, т.е. сдвинуть фазу волны на $\pi/2$ или на четверть длины волны $\lambda/4$. Тогда выражение для амплитуды приобретет вид

$$E(x) = E_0 \cdot \left(1 - \Delta\varphi(x)\right) \cdot \mathbf{sin}\omega t \tag{4.7}$$

и, следовательно, выражение для интенсивности можно записать

$$I(x) = \left|E(x)\right|^2 = E_0^{\,2} \cdot \left(1 - \Delta\varphi(x)\right)^2 \tag{4.8}$$



E1(x)=sin(x), E2(x)=sin(x-δ), E3(x)=E1(x)-E2(x),
E4(x)=E2(x-p), E5(x)=E3(x)+E4(x)

Рис.4.6. 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. Практически это реализуется в методике фазово-темнопольного контраста. Вместо апертурной диафрагмы конденсора помещается кольцевая диафрагма, а в фокальной плоскости объектива - кольцевая четвертьволновая фазовая пластинка производящая фазовый сдвиг для части лучей прошедших через кольцевую диафрагму. На рис.4.7 показан ход лучей в фазово-темнопольном микроскопе.

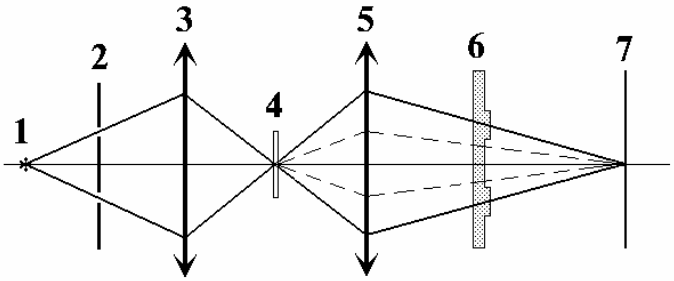


Рис.4.7. Ход лучей в фазво-темнопольном микроскопе. 1-источник света; 2-кольцевая апертурная диафрагма; 3-конденсорная линза; 4-фазовый объект; 5-объектив; 6-четверть-волновая пластинка; 7-фазово-темнопольное изображение объекта.

4.3. ФОРМИРОВАНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ В ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ

4.3.1. МИКРОСКОП, КАК ДИФРАКЦИОННЫЙ ПРИБОР. ПОДХОД АББЕ

Если падающий пучок описывается плоской волной, которая дифрагирует на объекте, то объект можно представить с помощью двумерной функции прохождения *q(x,y)*. Согласно представлениям волновой оптики (принцип Гюйгенса-Френеля) выходная поверхность объекта действует, как совокупность точечных источников сферических волн, интерференция которых приводит к возникновению в задней фокальной плоскости линзы дифракционной картины. Каждую точку полученной дифракционной картины можно в свою очередь рассматривать, как источник Гюйгенса, генерирующий сферические волны, которые с учетом влияния аберрационных сдвигов фаз интерферируют в плоскости изображения. Поэтому процесс формирования изображения объективной линзой можно представить, как двойное фурье-преобразование в пространстве от объекта до задней фокальной плоскости, где возникает дифракционная картина, и от этой плоскости до плоскости изображения объекта, где формируется увеличенное изображение. Эта идея (см.рис.4.8) впервые была высказана Аббе в 1873 году.

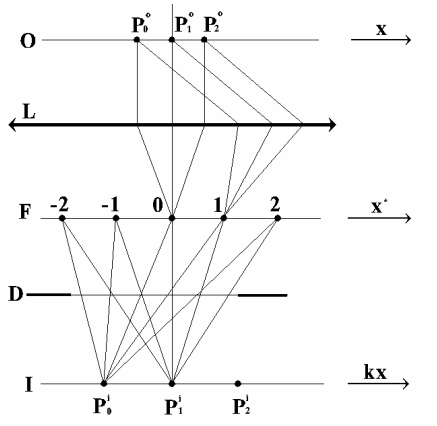


Рис.4.8.Схема, иллюстрирующая дифракционную природу изображения, формируемого линзой. O-плоскость объекта, L-линза, F-задняя фокальная плоскость линзы, где формируется дифракционная картина, названная Аббе "первичным изображением", D-апертурная диафрагма линзы, I-плоскость увеличенного "вторичного изображения".

Для упрощения ситуации рассмотрим случай чисто фазового объекта, то есть когда изображение формируется только за счет изменения фазы проходящей или отраженной волны. В этом случае функция, описывающая объект, будет иметь вид

$$q(x,y) = e^{i\sigma\varphi(x,y)}, \qquad (4.9)$$

здесь σ-константа взаимодействия; φ*(x,y)*-описывает изменение фазы, приобретаемое волной в различных точках *(x,y)* объекта, и носит название трансмиссионной функции объекта. Будем считать, что фазовый объект достаточно тонкий и, следовательно, величина фазового сдвига мала, т.е. φ *(x,y)<<1*, тогда можно записать

$$q(x,y) \approx 1 - i\sigma\varphi(x,y) \qquad (4.10)$$

Если такой объект находится в "плоскости объекта" объективной линзы и освещается плоской падающей волной (свет, электроны), то в "задней фокальной плоскости" линзы сформируется дифракционное изображение этого

объекта, как показано на рис.4.8. Точками обозначены дифракционные максимумы соответствующих порядков. Характер дифракционной картины согласно теории дифракции Фраунгофера будет описываться Фурье-преобразованием функции объекта в координатах обратного пространства, т.е.

$$Q(x^*, y^*) = \boldsymbol{F}\{q(x, y)\}, \qquad (4.11)$$

где $x^* = \frac{\beta_x}{\lambda}, y^* = \frac{\beta_y}{\lambda}$; β_x, β_y -углы дифракции; λ-длина волны. Подставляя сюда значение трансмиссионной функции *q(x,y)* для тонкого фазового объекта, получим

$$Q(x^*, y^*) = \mathbf{F}\left\{1 - e^{i\sigma\varphi(x,y)}\right\} = \delta(x^*, y^*) - i\sigma\mathbf{F}\{\varphi(x, y)\} = \delta(x^*, y^*) - i\sigma\Phi(x^*, y^*), \qquad (4.12)$$

где $\delta(x^*, y^*)$-дельта-функция Дирака; $\Phi(x^*, y^*)$-фурье-образ фазовой функции $\varphi(x,y)$.

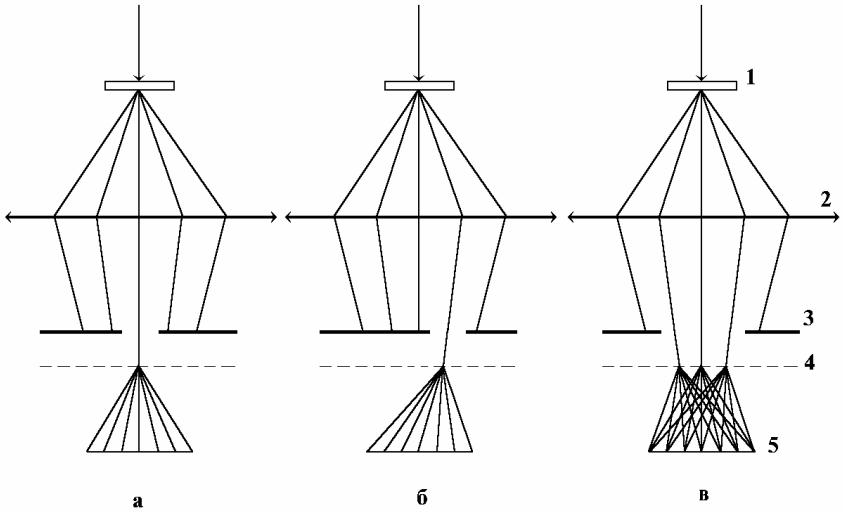


Рис.4.9. Участие различных дифракционных пучков в формировании дифракционного изображения в электронном микроскопе. Изображение формируется только за счет нулевого пучка -а) (светлопольное изображение); б) изображение формируется только за счет одного из боковых дифракционных максимумов (темнопольное 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".

Проведенные выше рассуждения показывают, что, чем больше дифракционных максимумов будет проходить через апертурную диафрагму, т.е. чем большее число членов ряда Фурье примет участие в формировании изображения, тем выше будет разрешение оптической системы. На рис.4.9 показано, как апертурная диафрагма выделяет из дифракционной картины в фокальной плоскости электронного микроскопа один центральный, или один боковой, или несколько дифракционных пучков для последующего формирования изображения.

4.3.2. ПЕРЕДАТОЧНАЯЯ ФУНКЦИЯЯ ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Любая оптическая система вносит искажения при формировании изображения, которые в оптике получили название аберраций. Аберрации могут искажать как амплитуду, так и фазу функции $Q(x^*, y^*)$, поэтому в общем случае эту ситуацию можно записать

$$Q(x^*, y^*) \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}, \tag{4.13}$$

где функция $A(x^*, y^*)$ получила название апертурной ошибки, или апертурной функции, и по существу описывает пространственное ограничение, вносимое апертурной диафрагмой, а функция $\chi(x^*, y^*)$ учитывает ошибки, вносимые оптической системой микроскопа в фазу проходящей волны. Тогда амплитуда изображения объекта, сформированная в плоскости объекта линзы, будет иметь вид

$$\Psi(x, y) = \boldsymbol{F}\left\{Q(x^*, y^*) \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\} \tag{4.14}$$

Подставляя сюда написанное выше значение для $Q(x^*, y^*)$ и производя несложные преобразования, получим

$$\begin{aligned}
\Psi(x, y) &= \boldsymbol{F}\left\{\left[\delta(x^*, y^*) - i\sigma\Phi(x^*, y^*)\right] \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\} = \\
&= \boldsymbol{F}\left\{\delta(x^*, y^*) - i\sigma\Phi(x^*, y^*) \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\sigma\chi(x^*, y^*)}\right\} = \\
&= 1 - i\sigma\boldsymbol{F}\left\{\Phi(x^*, y^*) \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\sigma\chi(x^*, y^*)}\right\} = \\
&= 1 - i\sigma\boldsymbol{F}\left\{\Phi(x^*, y^*)\right\} * \boldsymbol{F}\left\{A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\} = \\
&= 1 - i\sigma\varphi(x, y) * \boldsymbol{F}\left\{A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\}
\end{aligned} \tag{4.15}$$

Введем следующее обозначение

$$S(x, y) = \boldsymbol{F}\left\{A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\}. \tag{4.16}$$

Это выражение получило название передаточной функции оптической системы и фактически является импульсным откликом системы на единичное возбуждение, или, другими словами, описывает изображение точки в оптической системе с аберрациями. Тогда окончательно амплитуду изображения тонкого фазового объекта можно записать в виде

$$\Psi(x, y) = 1 - i\sigma\varphi(x, y) * \boldsymbol{S}(x, y)$$

В том случая когда фазовый множитель $\chi(x^*,y^*)$ не зависит от координат или вообще равен нулю, передаточная функция определяется только величиной апертуры $A(x^*,y^*)$ и имеет вид $\frac{sin(Ax)}{Ax}$ показанный на рис.4.10. Параметр A является величиной числовой апертуры линзы. В приведенном выражении оставлена лишь одна координата так как задача в данном случае имеет цилиндрическую симметрию.

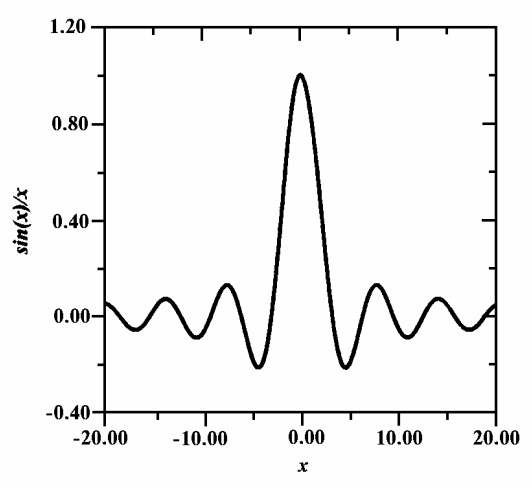


Рис 4.10.Общий вид передаточной функции оптической системы для случая когда фазовый множитель в выражении (4.16) равен единице .

Интенсивность, а, следовательно, и плотность почернения на фотографическом изображении тонкого фазового объекта, будет иметь вид

$$I(x,y) = \left[1 - i\sigma\varphi(x,y) * \boldsymbol{S}(x,y)\right]^2 \approx 1 - 2\,\sigma\varphi(x,y) * \boldsymbol{S}(x,y) \qquad (4.17)$$

Из полученного выражения видно, что микроскоп достаточно точно передает вид объекта только в случае, если передаточная функция ***S****(x,y)* близка к единице. В действительности эта функция сложным образом зависит от координат и может быть близка к единице только в определенной области значений констант прибора.

4.4. АНАЛИЗ АБЕРРАЦИЙ В ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

4.4.1. ТОНКИЙ ФАЗОВЫЙ ОБЪЕКТ В ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Рассмотрим более подробно, что имеется в виду под понятием тонкого фазового объекта в электронной микроскопии [9-14]. Рассмотрим кристаллическую пластину толщиной *t.* Пусть распределение электрического потенциала внутри этой пластины описывается функцией *V(x,y,z)*. Длина волны падающих электронов в пучке электронного микроскопа в вакууме задается выражением

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \tag{4.18}$$

При движении электронов внутри кристалла следует учитывать дополнительное электрическое поле $V(x,y,z)=V(\mathbf{r})$, существующее в кристалле за счет распределения электрических зарядов, и тогда выражение, определяющее длину волны электронов, будет иметь вид

$$\lambda' = \frac{h}{\sqrt{2me\left(E + V(\mathbf{r})\right)}} \tag{4.19}$$

Следовательно дополнительная разность фаз, приобретаемая электронами при прохождении слоя вещества толщиной *dz,* должна определяться, как

$$d\chi(r) = 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda'} - 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda} = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\frac{\lambda}{\lambda'} - 1\right) \tag{4.20}$$

Написанное выражение для изменения фазы можно упростить, учитывая, что $E>>V(\mathbf{r})$

$$d\chi(r) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{\frac{E + V(\mathbf{r})}{E}} - 1\right) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{1 + \frac{V(\mathbf{r})}{E}} - 1\right) =$$

$$= \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(1 + \frac{1}{2} \cdot \frac{V(r)}{E} - 1\right) = \frac{\pi}{\lambda E} V(x,y,z)dz, \tag{4.21}$$

или введя обозначение $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E}$, можно окончательно записать

$$d\chi(x,y,z) = \sigma V(x,y,z) \cdot dz \tag{4.22}$$

Величина σ носит название константы взаимодействия. В релятивистском случае она имеет вид $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E} \cdot \frac{2}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}}$, где $\beta = v/c$. Полная фаза, набегаемая пучком электронов при прохождении всего кристалла толщиной *t,* будет определяться интегрированием выражения (4.22) по всей толщине кристалла т.е.

$$\chi(x,y) = \sigma \int_0^t V(x,y,z)dz = \sigma\varphi(x,y) \tag{4.23}$$

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 [2,5,9-14]. С другой стороны из электродинамики известно, что электрический потенциал $V(x,y,z)$ связан с распределением электронной плотности в кристаллической решетке уравнением Пуассона $\mathbf{div}V(\mathbf{r}) = 4\pi\rho(\mathbf{r})$.

4.4.2. 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 [9-14]. Рассмотрим подробнее эти ошибки.

Конечность апертуры оптической системы приводит к отсеканию пучков, проходящих под углами $>\beta_A$ (апертурный угол), и ограничивает получаемое разрешение ошибкой $\rho_A = \dfrac{0.61\lambda}{\beta_A}$. Это искажение получило название апертурной, или дифракционной ошибки.

Лучи, идущие от какой-либо точки объекта и пересекающие плоскость линзы на разных расстояниях от ее оси, могут фокусироваться на разных расстояниях от плоскости линзы, т.е. фокус будет размываться в аксиальном направлении. Это явление, как уже отмечалось выше, получило название сферической аберрации. Величина ошибки за счет сферической аберрации определяется соотношением $\rho_s = C_s \cdot \beta^3$, где C_s -коэффициент сферической аберрации, β-апертурный угол. Величина фазового сдвига при этом равна $\chi_s = 0.5\pi C_s \cdot \dfrac{\beta^4}{\lambda}$. Изображение точки в этом случае в плоскости изображения будет выглядеть в виде размытого диска с размерами ρ_s.

Другая ошибка возникает за счет относительного разброса длин волн падающего излучения. Для электронов это обусловлено нестабильностью ускоряющего напряжения $(\Delta V/V)$, колебаниями токов в линзах $(\Delta I/I)$, неупругим рассеянием в образце. В оптике эта ошибка получила название хроматической аберрации. Можно показать, что результатом действия хроматической аберрации будет размытие фокусного расстояния на величину

$$\Delta f = C_c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I}{I}\right)^2}, \qquad (4.24)$$

тогда соответствующий диск рассеяния в плоскости изображения будет определяться как $\rho_c = \Delta f\beta$.

Точная фокусировка изображения является практически невыполнимой задачей, так как вид изображения заранее неизвестен, а идеальное изображение совершенного фазового объекта не дает контраста в плоскости гауссова изображения. Поэтому в реальных задачах необходимо учитывать

дефокусировку электронного микроскопа, которая также, как и в случае сферической или хроматической аберраций, будет приводить к размытию изображения точки в плоскости изображения в диск с радиусом $\rho_D = \varepsilon\beta$, а соответствующий фазовый сдвиг при этом будет равен $\chi_D = \pi\varepsilon\frac{\beta^2}{\lambda}$.

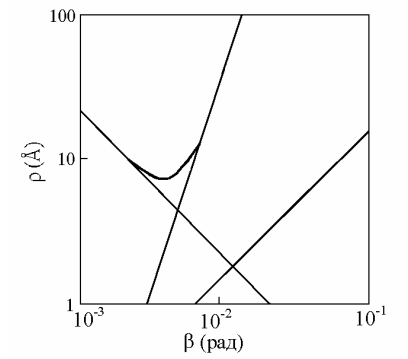


Рис.4.11.Зависимость амплитудной части разрешения микроскопа от апертурного угла.

При расчетах контраста необходимо учитывать целый ряд ошибок оптической системы таких, как влияние конечных размеров источника и, следовательно, расходимость падающего пучка, астигматизм, кома, дисторсия и пр. Однако в современных приборах ошибки этого рода могут быть удовлетворительно скомпенсированы или даже исправлены. Поэтому при оценке предельного разрешения следует в первую очередь учитывать конечные размеры апертуры, сферическую и хроматическую аберрации. Тогда предельная разрешающая способность микроскопа, определяемая амплитудной частью аберрации, будет равна

$$\rho = \sqrt{\rho_A^{\ 2} + \rho_s^{\ 2} + \rho_c^{\ 2} + \rho_D^{\ 2}} \tag{4.25}$$

На рис.4.11 в качестве примера приведена зависимость амплитудной части разрешающей способности электронного микроскопа от величины апертурного угла.

Дополнительная разность фаз, приобретаемая волнами, проходящими через линзу, при этом будет равна

$$\chi(\beta) = \chi_s(\beta) + \chi_D(\beta) = 0.5\,\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon\frac{\beta^2}{\lambda} \tag{4.26}$$

Подставим полученное значение фазы в выражение передаточной функции и попытаемся проанализировать ее.

$$\mathbf{S}(x, y) = \mathbf{F}\left\{ A(\beta) \cdot e^{i\left(0.5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^2}{\lambda}\right)} \right\} \tag{4.27}$$

Заменим выражение для экспоненты, используя формулы Эйлера

$$\mathbf{S}(x,y) = \mathbf{F}\left\{A(\beta)\cdot\mathbf{cos}\left(0.5\pi C_s\cdot\frac{\beta^4}{\lambda}+\pi\varepsilon\cdot\frac{\beta^2}{\lambda}\right)\right\} + \mathbf{F}\left\{iA(\beta)\cdot\mathbf{sin}\left(0.5\pi C_s\cdot\frac{\beta^4}{\lambda}+\pi\varepsilon\cdot\frac{\beta^2}{\lambda}\right)\right\}$$

Ïðèìåð ðàñ÷åòà òðàíñìèññèîííîé ôóíêöèè
äëÿ ýëåêòðîííîãî ìèêðîñêîïà JEOL 4000

$j := 0..200$

$\beta_j := 0.000j$ Óãëîâàÿ ïåðòóðà

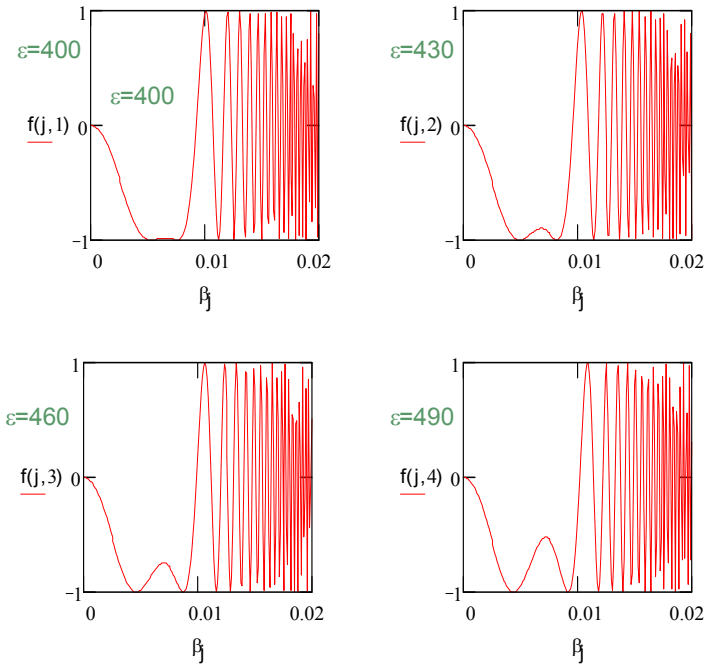
$Cs := 0.1\cdot10^8$ Êîýôôèöèåíò ñôåðè÷åñêîéàáåððàöèè

$\lambda := 0.0164$ Äëèíà âîëíû

$l := 0..13$

$\varepsilon_l := 400+30l$ Äåôîêóñèðîâêà

$f(j,l) := \sin\left[\pi\cdot\left[0.5Cs\frac{(\beta_j)^4}{\lambda}-\varepsilon_l\cdot\frac{(\beta_j)^2}{\lambda}\right]\right]$ Òðàíñìèññèîííàÿ ôóíêöèÿ



(4.28)

Рис.4.12. Вид передаточной функции, рассчитанный для нескольких значений дефокусировки. Коэффициент сферической аберрации $C_s=10^8$Å, длина волны λ =0.0164Å (соответствует рабочему напряжению 400kV, апертурный угол измеряется в радианах).

На рис.4.12 показаны рассчитанные зависимости $\sin(\chi(\beta,\varepsilon))$ для различных значений дефокусировки ε. Анализ поведения этой зависимости показывает, что при определенных значениях величины дефокусировки ε на зависимости наблюдается достаточно широкая область значений апертурного угла β, где

функция $\sin[\chi(\beta,\varepsilon)] \approx -1$, соответственно в этой же области функция $\cos[\chi(\beta,\varepsilon)] \approx 0$ в виду 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 β. 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 [16]. 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.

4.4.3. МЕТОД ОПТИЧЕСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДАТОЧНОЙ ФУНКЦИИ

Для правильной интерпретации изображений высокого разрешения необходимо знать количественные характеристики основных аберраций микроскопа (например, характер астигматизма, коэффициент сферической аберрации), вид передаточной функции прибора, область значений дефокусировки, в которой работает микроскоп и пр. Для исследования этих и других параметров электронного микроскопа обычно используется "метод оптического дифрактометра", схема которого показана на рис.4.13.

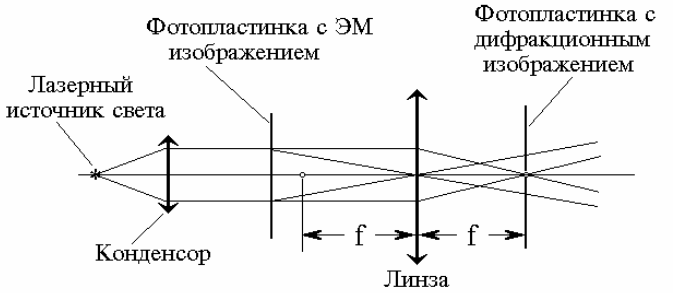


Рис.4.13.Схема оптического дифрактометра. 1-лазер, 2-линза, 3-электронно-микроскопический снимок, 4-фотопластинка.

Суть этого метода состоит в том, что изображение низко контрастного объекта, полученное на электронном микроскопе, помещают на оптическую скамью и производят еще одно фурье преобразование, регистрируемое в фокальной плоскости оптической линзы. Для этой цели, как уже отмечалось, необходимо иметь слабо контрастный однородный образец, т.е. трансмиссионная функция объекта *q(x,y)* должна слабо меняться в пространстве *(x,y)*. Как мы уже видели выше, изображение, зарегистрированное на фотографической эмульсии, будет описываться выражением

$$I(x,y) = \left|1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)\right|^2 = 1 - 2\sigma\varphi(x,y) * S(x,y) \qquad (4.29)$$

В фокальной плоскости линзы на оптической скамье сформируется фурье образ этого изображения

$$F\left\{I(x,y)\right\} = \boldsymbol{F}\left\{1 - 2\,\sigma\varphi(x,y) * \boldsymbol{S}(x,y)\right\} = \delta(x^*,y^*) - 2\,\sigma\boldsymbol{F}\left\{\varphi(x,y) * \boldsymbol{S}(x,y)\right\} =$$
$$= \delta(x^*,y^*) - 2\,\sigma \cdot \boldsymbol{F}\left\{\varphi(x,y)\right\} \cdot A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} \qquad (4.30)$$

Фотографическая эмульсия является квадратичным детектором, поэтому на фотографической пластинке будет зарегистрирован квадрат этого выражения, т.е.

$$I'(x^*,y^*) = \delta(x^*,y^*) + 4\,\sigma^2 \cdot \left[\boldsymbol{F}\left\{\varphi(x,y)\right\}\right]^2 \cdot A^2(x^*,y^*) \cdot e^{2i\chi(x^*,y^*)} \qquad (4.31)$$

Таким образом, если функция $\varphi(x,y)$ медленно меняется в пространстве, в фокальной плоскости оптического дифрактометра будет по существу зарегистрирован квадрат передаточной функции электронного микроскопа. В качестве объекта для таких измерений обычно используют аморфные углеродные или кремниевые пленки с мелкими частичками кристаллического золота, которые дают возможность одновременно получать картину высокого разрешения. Аморфная пленка будет давать вклад в изображение в виде равномерного фона, тогда зарегистрированная картина будет иметь яркий пик в центре (изображение δ-функции) и характерные кольца, отображающие функцию $A^2(x^*,y^*) \cdot e^{2i\chi(x^*,y^*)}$. Если астигматизм отсутствует, эти кольца должны иметь вид окружностей. При правильно настроенном микроскопе ближайшее к центру кольцо должно быть широким, т.е. должна быть шерцеровская область дефокусировки, где величина передаточной функции приблизительно равна ± 1. Измеряя положения и форму колец, можно определить величину дефокусировки, параметр сферической аберрации, характер астигматизма. Частички монокристаллического золота служат для внутреннего масштаба за счет получения на них картины высокого разрешения.

Рассмотренное преобразование может быть выполнено и без оптического дифрактометра путем численного Фурье преобразования полученного на электронном микроскопе изображения. В последние годы обычно применяется именно такой способ исследования характеристик микроскопа.

4.4.4. МЕТОДЫ ЧИСЛЕННОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ЭМ

Практически все методы расчета ЭМ изображений высокого разрешения основаны на приближении спроектированной зарядовой плотности [17-31]. Рассмотрим несколько подробнее физический смысл этого приближения. Как было показано в разделе 4.3.2. амплитуда изображения в оптической системе, согласно Аббе, может быть записана в виде

$$\Psi(x,y) = F\left\{A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} Q(x^*,y^*)\right\} \qquad (4.32)$$

или в явной форме

$$\Psi(x,y) = \int_{-\infty}^{+\infty} A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} \cdot Q(x^*,y^*) \cdot e^{2\pi i(xx^* + yy^*)} \cdot dx^* dy^* \qquad (4.33)$$

Положим для простоты рассуждений, что ошибки вносимые апертурой и сферической аберрацией отсутствуют, а дефокусировка столь мала, что выражение описывающее фазовые аберрации можно разложить в ряд по степеням параметра дефокусировки $e^{i\chi(x^*,y^*)} = e^{i\pi\varepsilon\lambda(x^{*2}+y^{*2})} \approx 1 - i\pi\varepsilon\lambda(x^{*2} + y^{*2})$.

Тогда пренебрегая величинами второго прядка малости, выражение (4.33) можно переписать в виде

$$\Psi(x,y)=\int_{-\infty}^{+\infty}\left[1-i\pi\varepsilon\lambda\left(x^{*2}+y^{*2}\right)\right]\cdot Q(x^*,y^*)\cdot e^{2\pi i(xx^*+yy^*)}\cdot dx^*dy^* \qquad (4.34)$$

После несложных преобразований амплитуда изображения будет иметь вид

$$\Psi(x,y)=\int_{-\infty}^{+\infty}Q(x,y)\cdot e^{2\pi i(xx^*+yy^*)}\cdot dx^*dy^*$$

$$-i\pi\varepsilon\lambda\int_{-\infty}^{+\infty}\left(x^{*2}+y^{*2}\right)Q(x,y)\,e^{2\pi i(xx^*+yy^*)}\cdot dx^*dy^*=$$

$$=F\left\{Q(x^*,y^*)\right\}-\frac{i\pi\varepsilon\lambda}{4\pi^2}\cdot\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2}+\frac{\partial^2}{\partial y^2}\right)\cdot F\left\{Q(x^*,y^*)\right\} \qquad (4.35)$$

Вспоминая, что $F\left\{Q(x^*,y^*)\right\}=q(x,y)=e^{i\sigma\varphi(x,y)}$ и является функцией прохождения тонкого фазового объекта можно окончательно записать выражение для амплитуды изображения в виде

$$\Psi(x,y)=\left[1-\frac{i\varepsilon\lambda}{4\pi}\cdot\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2}+\frac{\partial^2}{\partial y^2}\right)\right]\cdot q(x,y)=$$

$$=\left\{1-\frac{\sigma\varepsilon\lambda}{4\pi}\cdot\nabla^2\varphi(x,y)-\frac{i\sigma^2\varepsilon\lambda}{4\pi}\left[\left(\frac{\partial\varphi(x,y)}{\partial x}\right)^2+\left(\frac{\partial\varphi(x,y)}{\partial y}\right)^2\right]\right\}\cdot e^{i\sigma\varphi(x,y)} \qquad (4.36)$$

Опуская члены второго порядка (третье слагаемое) получим для распределения интенсивности изображения

$$I(x,y)=\Psi(x,y)\cdot\Psi^*(x,y)=1-\frac{\sigma\varepsilon\lambda}{2\pi}\cdot\nabla^2\varphi(x,y) \qquad (4.37)$$

Распределение электрического потенциала в среде $\varphi(x,y)$, как известно, связано с распределением электрического заряда и описывается уравнением Пуассона

$$\nabla^2\varphi(x,y)=-4\pi\rho(x,y) \qquad (4.38)$$

Так как $\varphi(x,y)$ представляет в действительности проекцию распределения электрического потенциала на плоскость перпендикулярную направлению наблюдения (см.4.23) распределение интенсивности изображения высокого разрешения в плоскости (x,y) пропорционально распределению проекции плотности заряда в кристаллической фольге т.е.

$$I(x,y)=1+2\sigma\varepsilon\lambda\cdot\rho(x,y) \qquad (4.39)$$

Впервые это приближение было детально рассмотрено в работах [17-23] и получило в дальнейшем название приближения спроектированной зарядовой плотности (СЗП). Было показано [30], что приближение СПЗ остается справедливым и при учете апертурной и сферической аберраций до значительных толщин (порядка *10nm*) кристаллов.

Для проведения численного моделирования изображения высокого разрешения необходимо предварительно рассчитать распределение проекции электронной плотности. А это в свою очередь возможно только в том случае, когда известна структура исследуемого кристалла или хотя бы его приближенный структурный рисунок. Тогда производя расчеты изображений высокого разрешения для выбранных моделей и сравнивая их с

экспериментальными изображениями можно, в конечном счете, при совпадении рассчитанных и экспериментальных изображениях получить сведения о действительной структуре исследуемого кристалла. Это в какой-то степени аналогично методу "проб и ошибок" используемому в структурном анализе.

В случае дифракции электронов сфера Эвальда имеет очень большой по сравнению с параметрами обратной решетки радиус. Поэтому на сферу в окрестности нулевого узла могут попадать одновременно несколько рефлексов (в ряде случаев порядка *10* и более) и следовательно необходимо считать многоволновую динамическую задачу рассеяния - определить амплитуды всех дифрагированных электронных волн участвующих в формировании изображения высокого разрешения, рассчитать распределение электрического потенциала решетки, найти проекцию этого распределения на плоскость наблюдения, получить распределение проекции зарядовой плотности и наконец вычислить изображение высокого разрешения исследуемого кристалла. Это довольно сложная задача и обычно она может быть решена лишь приближенными методами.

Для решения многоволновой динамической задачи прохождения электронного пука через кристаллическую фольгу обычно используют уравнения Хови-Уэлана. В матричной форме они имеют вид

$$\frac{d}{dz}\boldsymbol{\Psi} = \left(\boldsymbol{T} + \boldsymbol{V}\right)\boldsymbol{\Psi} \tag{4.40}$$

где $\boldsymbol{\Psi}$ - вектор-столбец элементы которого являются амплитудами рассеяния электронных волн $\psi_i(z)$, а $\boldsymbol{T}$ - матрица описывающая динамическое прохождение электронов, а $\boldsymbol{V}$ - матрица описывающая рассеяние. Для решения этой системы уравнений используются различные численные методы, однако наибольшее применение имеет метод в котором кристалл разбивается на тонкие слои рассеяние в которых можно считать как рассеяние на двумерной системе. В работе [17] было показано, что для каждого слоя Δz выполняется рекуррентное соотношение связывающее волновые функции на входе и на выходе слоя

$$\Psi_{n+1} = \left\{ \Psi_n * e^{\left[\frac{ik\left(x^2+y^2\right)}{2\Delta x}\right]} \right\} \cdot e^{i\sigma\varphi_{n+1}} \tag{4.41}$$

Экспонента стоящая под знаком свёртки определяет фазовый сдвиг приобретаемый волной при распространении в пространстве между слоями. Этот метод получил название многослоевого метода (multi-slice method). В настоящее время имеется множество программ для численного моделирования изображения высокого разрешения на ЭВМ этим методом.

4.5. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ФИЗИКЕ ТВЕРДОГО ТЕЛА

Количество исследований в которых используется электронная микроскопия высокого разрешения в последние десять лет неуклонно растёт. Даже грубый анализ таких публикаций выявляет несколько характерных тенденций. Если на ранних стадиях применения микроскопии высокого разрешения (HREM) предпочтение отдавалось изучению структуры единичных дефектов - точечных дефектов, дислокаций, дефектов упаковки, межзеренных границ и пр., то в настоящее время интерес исследователей больше связан с изучением процессов взаимодействия дефектов различной природы, природы групп атомов окружающих дефекты (примесные атмосферы) и их перемещения в материале кристалла [32-33]. Особое место в исследованиях связанных с применением ЭМ высокого разрешения по-прежнему занимают работы по идентификации положений атомов различной природы на ЭМ изображениях (т.н. структурные исследования). Примечательно, что в большинстве публикаций последнего времени используется лишь область "достоверного разрешения" (гладкий участок передаточной функции) и практически отсутствуют попытки получения и интерпретации "рекордных разрешений" вне шерцеровской области. Следует так же отметить, что появление новых приборов с улучшенными параметрами разрешения (например JEM-4000) не привели пока к качественному скачку в наблюдении кристаллических решеток металлов с малыми межплоскостными расстояниями.

Очень плодотворными оказались два направления развития - микроскопия высокого разрешения в сочетании с высоким вакуумом ($10^{-7} \div 10^{-10}$ *тор*) и использование техники видеозаписи с одновременной обработкой видео изображения с помощью иногда весьма сложных программ. Наиболее впечатляющие результаты здесь получены при исследовании чистой поверхности и межзеренных границ в кристаллах различной природы.

Успехи достигнутые в электронной микроскопии высокого разрешения знаменуют качественно новый этап в развитии структурного анализа. В настоящее время методами микроскопии высокого разрешения решается много задач по прямой расшифровке структурного мотива ранее неизвестных кристаллических веществ [34,35]. Впервые возможность прямого наблюдения атомного узора была продемонстрирована в работе [36] на примере структуры $Ti_2Nb_{10}O_{29}$.

Возможности электронной микроскопии высокого разрешения в решении структурных задач можно продемонстрировать на примере наблюдения структуры простых кристаллов [37,38]. Снимок получен на микроскопе JEM-4000EX. Изображения простых структур типа *Si* или *Ge* часто используются для калибровки микроскопов и демонстрации их разрешения [67-68].

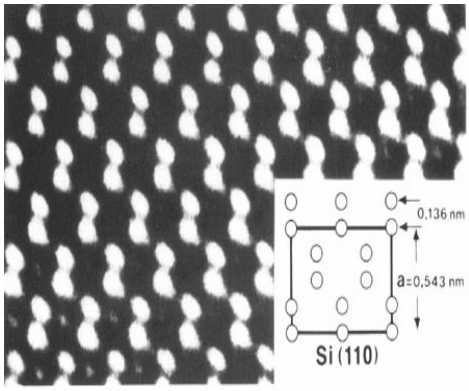
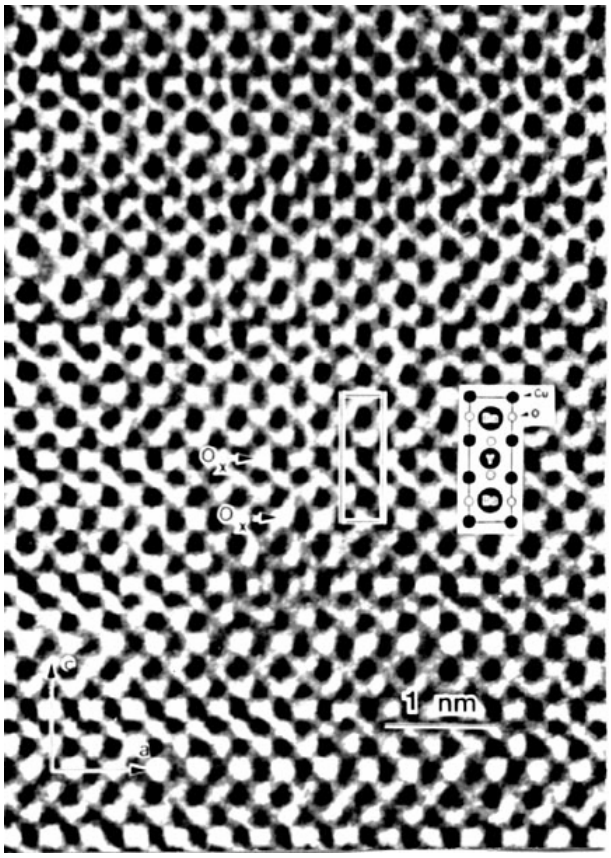


Рис.4.14.Изображение решетки кремния вдоль направления <110>. Толщина кристалла 150Å, дефокусировка 1140Å, светлые пятна соответствуют атомным колонкам [37]. *Изображение очищено от шума. На врезке показано расположение атомов в элементарной ячейке кремния и приведены некоторые характерные межатомные расстояния.*

В последние годы большое число работ посвящено электронно микроскопическим исследованиям кристаллической структуры и дефектов ВТСП материалов [39-47]. На рис.4.15 представлено ЭМ изображение высокого разрешения монокристалла Y-Ba-Cu-O [39]. На схеме врезке видно как располагаются атомы кислорода в элементарной ячейке кристалла [33].

Рис.4.15. 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* [39].

Как уже отмечалось ранее очень много исследований посвящено изучению атомной структуры различных единичных дефектов [48-50]. На рис.4.16а показано ЭМ изображение краевой дислокации в монокристалле германия [48]. На изображении хорошо видна структура ядра дислокации - дополнительная полуплоскость и поле смещений атомов в окрестности оси дислокации ограничивающей полуплоскость. На рис.4.16б приведен пример структуры микродвойниковых прослоек в монокристаллах кремния

выращенных на углеродной подложке [52-53]. Изображение высокого разрешения показывает, что наблюдаемые границы являются когерентными.

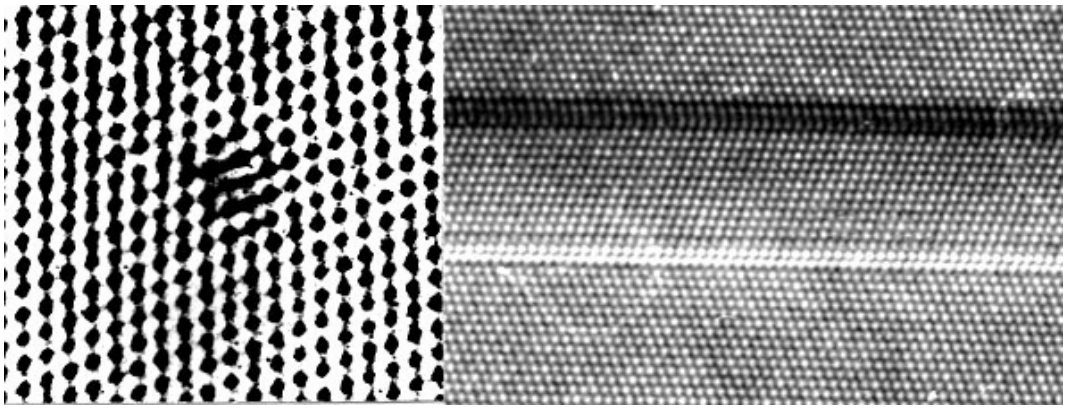


Рис.4.16. а)-Изображение ядра краевой дислокации в монокристалле германия [48]*; б)-Двойниковые прослойки в монокристаллах кремния образующиеся при деформации* [52].

К настоящему времени структура ядер дислокаций в полупроводниковых материалах в рамках ограничений, присущих электронной микроскопии высокого разрешения, в достаточной степени изучены. Интерес исследователей сейчас проявляется к процессам взаимодействия дислокаций с внутренними поверхностями раздела и другими дефектами. Так например в работе [54] исследуются процессы взаимодействия дислокаций с границами зерен в кремнии. Возникающие под действием пластической деформации дислокации начинают взаимодействовать с расположенной вблизи межзеренной границей. На рис.4.17 представлены отдельные этапы взаимодействия таких дислокаций с межзеренной границей $\Sigma=9$ в кристалле кремния. Плоскость границы имеет индексы $(1\bar{2}2)$, а ось наклона $[011]$. Как показал анализ контраста, дислокации принадлежат к системе скольжения $(\bar{1}11)[\bar{1}10]$ и являются шестидесятиградусными. На рис.4.17а отражен момент вхождения *60-градусной* дислокации в межзеренную границу. *60-градусная* диссоциирована и состоит из *90-градусной* и *30-градусной* частичных дислокаций. *30-градусная* дислокация в этот момент расположена ещё в материале второго зерна (точка 3), ясно виден дефект упаковки простирающийся по направлению к границе. *90-градусная* дислокация диссоциирует в плоскости границы на две дислокации b_c и b_g (точки 1 и 2 соответственно). Дислокация b_g (точка 2) скользит в плоскости границы, удаляясь от дислокации 1. Следующий момент показан на рис.4.17б. *30-градусная* дислокация вплотную подошла к межзеренной границе, дефект упаковки исчезает и в точке 1 происходит дислокационная реакция $b_{30^\circ}+b_c=b_r$. Дислокация b_r в плоскости границы может в свою очередь диссоциировать на две компоненты, что и показано на рис.4.17в. Таким образом *60-градусная* дислокация проходя через границу раздела может порождать новые дислокации. На рис.4.18 показан случай испускания двух *30-градусных* частичных дислокаций из границы за счет диссоциации дислокации b_r сидящей в плоскости границы.

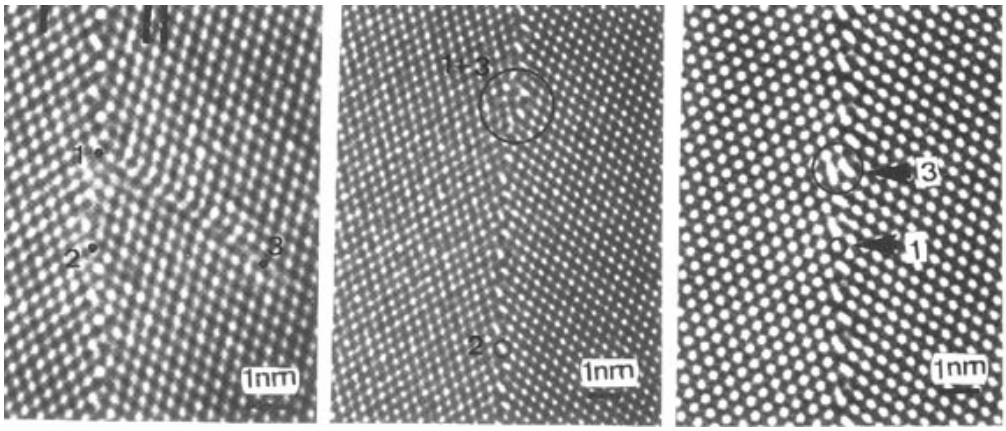


Рис.4.17. а)-Взаимодействие 60-градусной дислокации с межзеренной границей в кремнии. [1]+[2] - диссоциировавшая в границе 90-градусная частичная дислокация. [3] -30-градусная частичная дислокация; б)-Слияние дислокаций [1]+[3], дислокация [2] перемещается в плоскости границы; в)-Дислокация [1]+[3] диссоциирует в межзеренной границе на закрепленную -[3]-дислокацию и скользящую -[1} дислокацию [54].

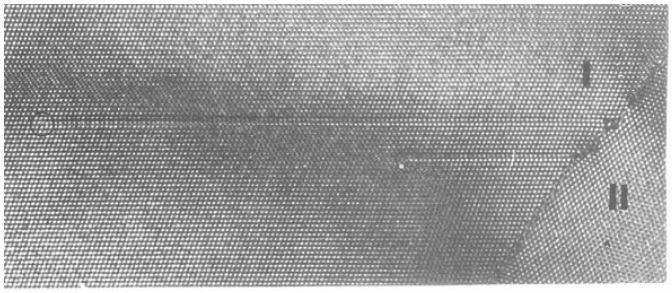


Рис.4.18. Испускание двух 30-градусных дислокаций в результате диссоциации закрепленной в межзеренной границе дислокации b_r.

Просвечивающая электронная микроскопия (ТЕМ) и осбенно микроскопия высокого разрешения являются главным средством в исследовании структуры внутренних поверхностей раздела, так как позволяют получать информацию непосредственно об атомных позициях на внутренних поверхностях раздела [55-57]. Здесь следует отметить, что если в исследовании границ зерен, двойников и вообще внутренних поверхностей раздела полупроводников имеются уже значительные успехи, то подобные исследования для металлов и керамик сталкиваются с определенными трудностями. Для металлов это связано в большей степени с инструментальными проблемами - металлы, как правило, имеют небольшие межплоскостные расстояния и поэтому требуется предельная разрешающая способность прибора.

Керамики и другие кристаллы сложных химических соединений имеют достаточно сложное устройство границ. Как правило, внутренние поверхности раздела в этих материалах содержат области, отличающиеся от матрицы как структурой так и химическим составом. Поэтому для расшифровки изображений высокого разрешения приходится привлекать дополнительные методики, а при расчетах изображений необходимо учитывать вклад высших Фурье-гармоник. На рис.4.19 в качестве иллюстрации сказанного выше представлено изображения высокого разрешения трех хорошо известных простых когерентных двойниковых структур - в монокристаллах золота,

кремния и карбида кремния (металл, полупроводник, керамика) [56]. Изображения показывают насколько похожими на ЭМ изображении кажутся в действительности очень различающиеся атомные структуры. На следующем рисунке (рис.4.20) показан пример возможного сопряжения атомов трех колонок в точках *A* и *B*. Образцом здесь является частица очень чистого бикристалла карбида кремния (*α-SiC*). Интересно отметить, что три существующие модели внутренних границ раздела в полупроводниках - модель оборванных связей, модель реконструированных связей и модель решетки совпадающих узлов в пределах точности измерений атомных позиций удовлетворительно описывают эти сопряжения [56].

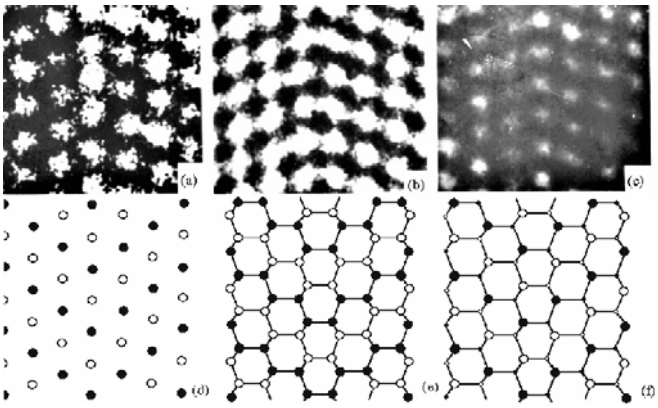


Рис.4.19.Примеры ЭМ изображений когерентных двойников в кристаллах a)-Au; b)-Si; c)-SiC и соответствующие атомные модели двойников d), e) и f) [56].

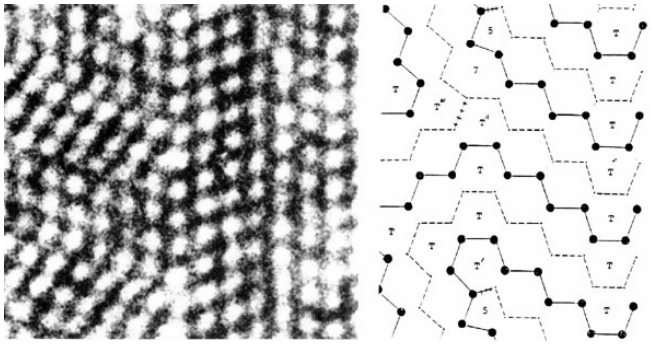


Рис.4.20. Изображение высокого разрешения бикристалла α-SiC -а); модель реконструкции связей в кристалле -б) [56].

Для расшифровки изображений высокого разрешения внутренних границ раздела часто применяются методы машинного моделирования. Это очень помогло при расшифровки структуры межзеренных границ в металлах так как для структур с малыми межплоскостными расстояниями это по существу единственная возможность идентификации наблюдаемых структур. В работах [57] проведены расчеты изображения высокого разрешения межзеренной границы в золотой фольге многослоевым методом. На рис.4.21 показаны результаты такого расчета изображения высокого разрешения для границ наклона *(210)Σ=5* и *(910)Σ=41*. На следующем рисунке (рис.4.22а) показано экспериментально наблюдаемое изображение границы наклона *(110)Σ=19* в золотой фольге [57]. При помощи специальной оптической фильтрации, подавляющей брегговские отражения под большими углами и уширяющими граничную область, удается выявить полиэдрические формы (тригональные

призмы), которые часто возникают при машинном моделировании (рис.4.22б). Авторы работы считают, что эта корреляция служит косвенным доказательством адекватности выбранной модели границы и правильности рассчитанных атомных позиций в наклонных границах.

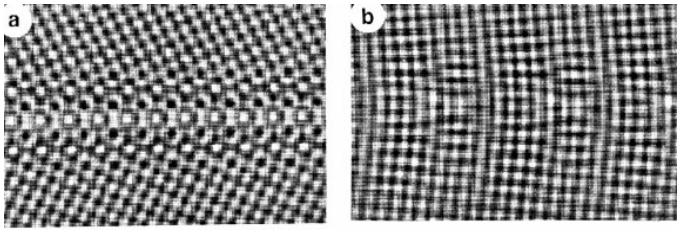


Рис.4.21.Расчитанное на ЭВМ мультислоевым методом изображение высокого разрешения [001] межзеренной границы наклона в монокристалле золота. а)- (210)Σ =5; б)- (910)Σ=41 [57].

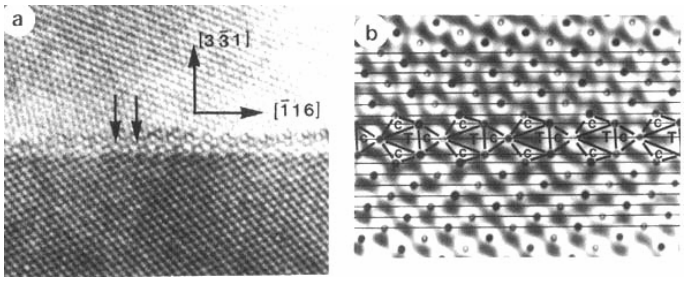


Рис.4.22. Электронномикроскопическое изображение высокого разрешения межзеренной границы наклона Σ=10/[110] в тонкой золотой фольге -а); Эта же микрофотография после специальной оптической обработки выявившей положения атомов. На снимке вдоль границы выделены тригональные призмы, аналогичные выявляемым на расчетных изображениях [57].

Прогресс в области создания высокоразрешающих электронных микроскопов, развитие техники видеозаписи и возможность оптико-математической обработки изображений высокого разрешения на ЭВМ позволили наблюдать динамические явления на атомном уровне. Одним из ярких примеров этого направления является работы [58,59] в которых исследовалась нестабильность частиц золота малого размера (в поперечнике менее *50Å*). Как правило такие частицы образуются при высоковакуумном ($\approx 10^{-8}$*тор* и лучше) осаждении золота на поверхность частиц кремния большего размера. В целом ряде экспериментов было обнаружено, что такие частицы во-первых имеют вполне определенную внешнюю огранку в виде кубододекаэдра, сдвойникованного кубододекаэдра, икосаэдра с множественным двойникованием или декаэдра с множественным двойникованием и во-вторых непрерывно изменяя свою форму, они двигаются по поверхности кремния на которой осаждены (см.рис.4.23). Первоначально было высказано предположение, что последнее вызвано либо нагревом под электронным пучком либо зарядкой поверхности частиц за счет эмиссии вторичных электронов. Однако исследования в режиме микропучка показали, что даже при уменьшении диаметра зонда до *30Å* и его смещении на край микрочастицы золота, её движение и перестройка формы продолжаются [58]. Это позволило авторам сделать вывод, что непрерывная перестройка формы происходит не

только за счет температурного фактора. Скорее всего движущей силой этого процесса может рассматриваться возникновение электростатических зарядов. На рис.4.23 приведены три фотографии одного и того же кластера золота с интервалом времени *0.5сек*. Из снимков видно, что перераспределение атомов происходит на основе двойникования. Вначале наблюдаются две двойниковые плоскости разделенные расстоянием $3d_{\{111\}}$, через *0.5сек* расстояние возрастает до $4d_{\{111\}}$ и далее двойниковая прослойка поглощает верхнюю часть кластера и происходит сдвиг всего кластера и изменение его формы. Атомная схема последовательностей этого процесса приведена на рис.4.24.

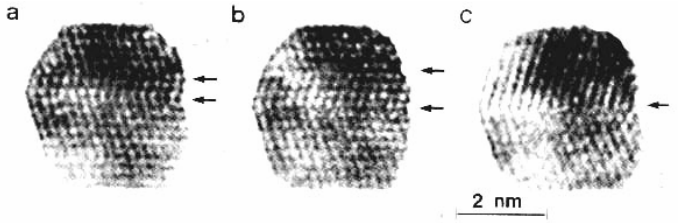
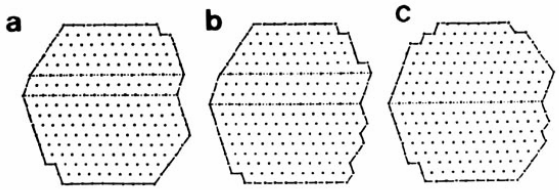


Рис.4.23. Высокоразрешающее изображения частички золота, снятые с интервалом 0.5сек. Ось зоны [110] перпендикулярна плоскости рисунка. Наблюдается динамика изменений двойниковой прослойки в средней части кластера [58].

Рис.4.24. Схема иллюстрирующая модель изменений двойниковой прослойки.



Электронная микроскопия высокого разрешения оказалась чрезвычайно мощным методом в изучении свойств реальной поверхности, где она служит своеобразным мостом между фундаментальными проблемами физики поверхности и такими технологическими проблемами как гетерогенный катализ. В настоящее время техника получения изображений высокого разрешения со специально приготовленных срезов монокристаллов, выявляющих структуру поверхности разработана в достаточной степени. Такие работы проводятся, как правило в высоковакуумных микроскопах. Удачным примером такого исследования является работа [60], в которой подтверждается идея возникновения поверхностных дефектов для релаксации напряжений несоответствия в объеме материала и на его поверхности, а так же делается вывод о том, что концепция гомогенной поверхности в большинстве случаев является чистой абстракцией. На рис.4.25а показана реальная поверхность *(111)* золота, на которой видны ступеньки и поверхностная дислокация Шокли (отмечена стрелкой). На следующем рисунке 4.25б показана реконструированная поверхность *(110)* монокристалла золота *2×1*. Исследования подобные приведенным выше в значительной степени способствуют построению моделей реальной поверхности, моделей фазовых переходов на поверхности, изучению топографии распределения фаз на поверхности.

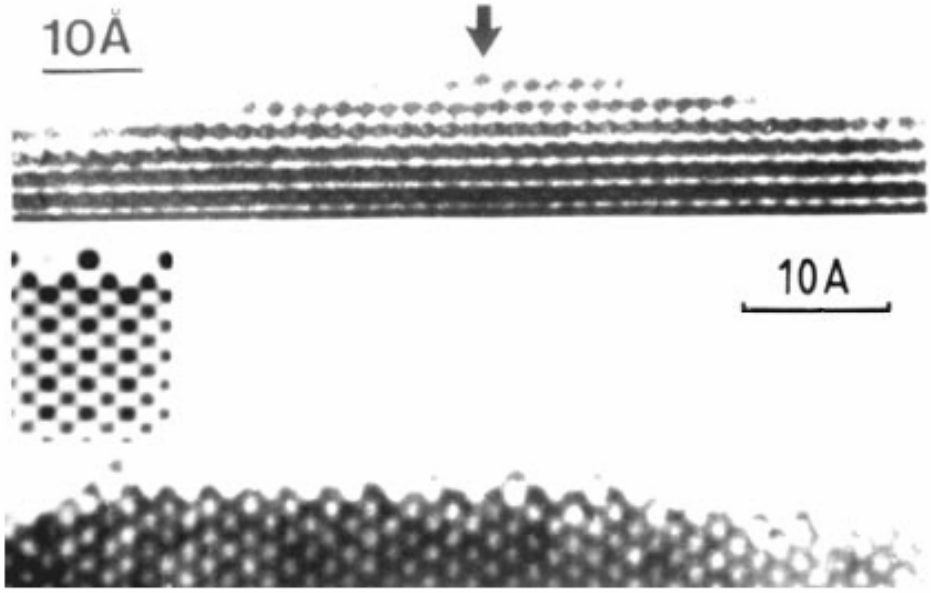


Рис.4.25. а)-электронномикроскопическое изображение поверхности (111) золота. Видны ступеньки на поверхности, стрелкой отмечена поверхностная дислокация Шокли; б)-реконструкция области поверхности (110) золота. На врезке в левом верхнем углу показано рассчитанное на ЭВМ соответствующее изображение [60].

Интересным направлением представляются также исследования икосаэдрической симметрии $m\bar{3}\bar{5}$, которая была впервые обнаружена относительно недавно в быстро закаленных сплавах *Al-Mn* [61]. Как утверждают авторы работы [61,62], они открыли новую икосаэдрическую фазу с дальнодействующим ориентационным порядком (поворотная симметрия), при отсутствии дальнодействующей трансляционной симметрии. Рядом авторов было высказано предположение объясняющее икосаэдрическую симметрию множественным двойникованием. Например в работе [63] икосаэдрическая симметрия обнаружена в сплавах $NiTi_2$ и *NiZr*. Оба сплава дают электронограммы с симметрией пятого порядка, однако их изображения высокого разрешения совершенно различны.

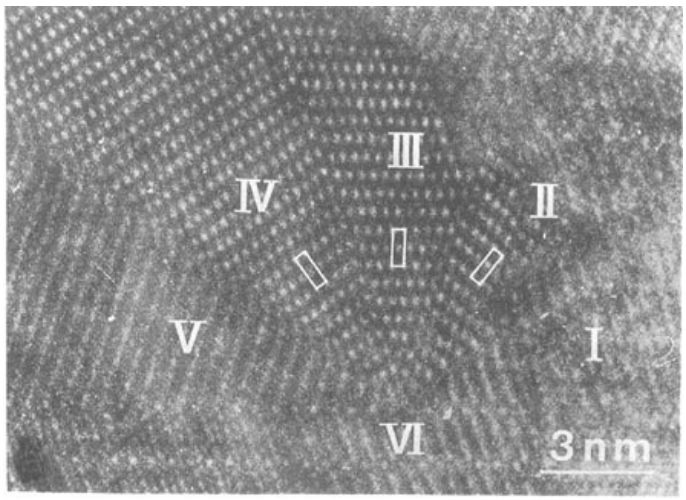
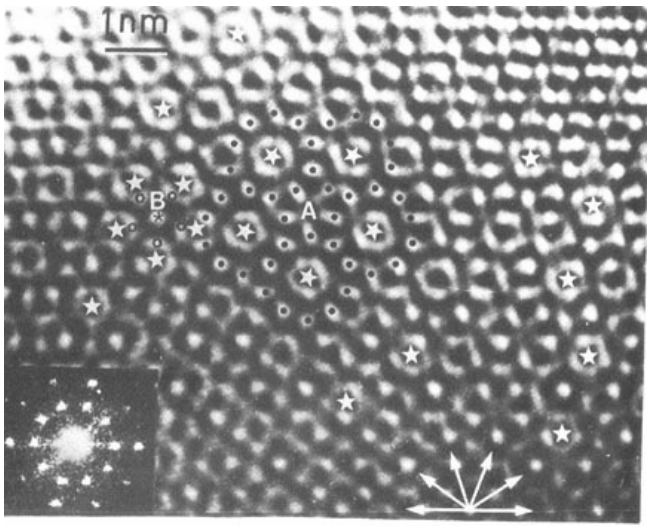


Рис.4.26. Изображение двойников в монокристалле NiZr. В каждом секторе в виде светлого прямоугольника показаны ориентации элементарных ячейек [63].

На рис.4.26 ясно видна группа десятикратных двойников, в виде 36-градусных секторов, в которых орторомбические элементарные ячейки выделены прямоугольниками. В данном случае, а именно, в случае *NiZr* нет сомнений относительно двойниковой природы икосаэдрической симметрии. С другой стороны, в кристаллах $NiTi_2$ на рис.4.27 наблюдается двумерная картина Пенроуза, спроектированная вдоль оси пятого порядка, что несомненно свидетельствует в пользу существования квазикристаллов.

Рис.4.27. ЭМ изображение похожее на картину Пенроуза вдоль оси пятого порядка в



икосаэдрической фазе $NiTi_2$ [63].

Интересный эксперимент, проливающий свет на природу симметрии пятого порядка был выполнен на аморфном кремнии [63], нагретом до *700℃*. Электронная микроскопия высокого разрешения позволила наблюдать на таких образцах (см. рис.4.28) как пятикратные двойники (B), так и икосаэдрические кластеры (A), которые сформировались в процессе кристаллизации аморфного кремния.

Очень качественные (см.рис.4.29) изображения на электронном микроскопе высокого разрешения получены на микроскопических квазикристаллах в сплавах *Al-Mn-Si* и *Al-Mn* в работах [64-66].

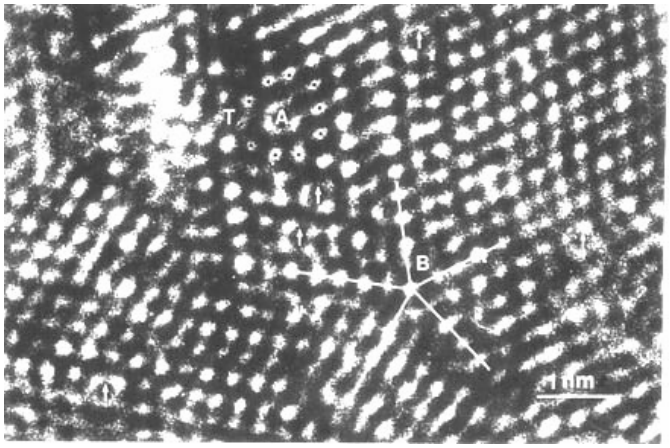


Рис.4.28. ЭМ изображение 5-кратных двойников (B) икосаэдрических кластеров (A) в микрокристаллическом кремнии [63].

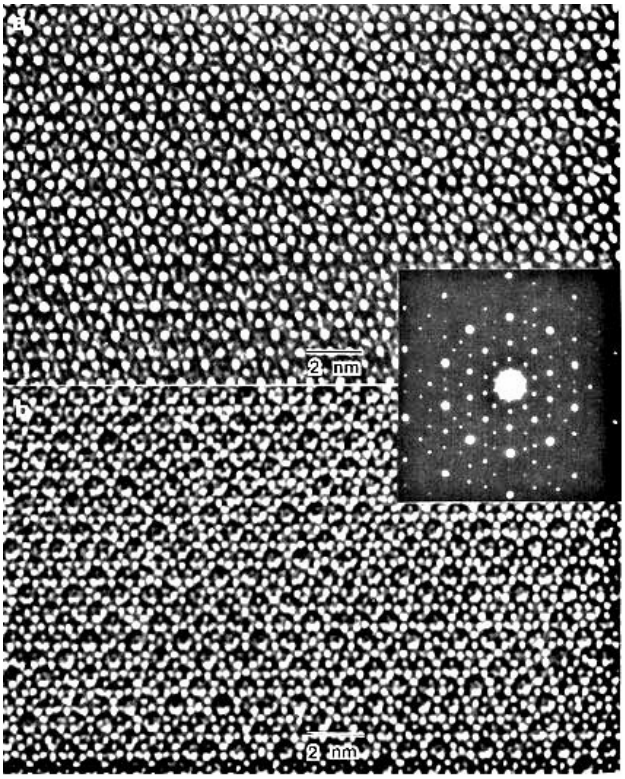


Рис.4.29. Изображение высокого разрешения быстро закаленного сплава $Al_{74}Mn_{20}Si_6$ с осью симметрии пятого порядка [64].

Исключительно важным в технологическом плане и интересным с точки зрения кристаллизации являются процессы молекулярно-эпитаксиального роста. Получаемые таким способом многослойные кристаллические структуры нашли широчайшее применение в современной микроэлектронике. Для исследования кристаллической структуры таких многослойных систем полученных методом MBE очень перспективным методом оказалась электронная микроскопия высокого разрешения [69-72]. В качестве примера на рис.4.30. показано изображение с атомным разрешением поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. На снимке хорошо видны область сопряжения двух решеток и различного рода дефекты - микродвойники и дефекты упаковки возникающие в процессе роста слоя кремния.

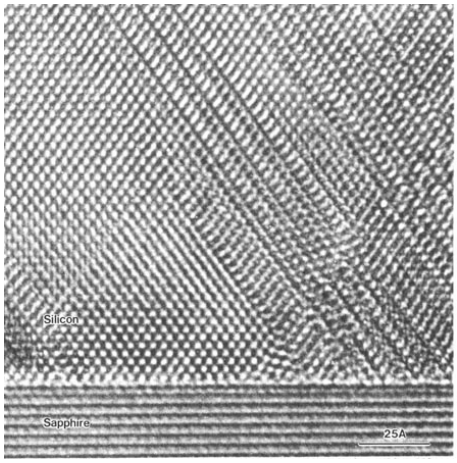


Рис.4.30. ЭМ изображение высокого поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. Ось <110> решетки кремния параллельна оптической оси микроскопа [37].

Даже небольшое число приведенных выше примеров применения электронной микроскопии высокого разрешения убедительно показывают насколько многообразны области физики твердого

тела и физического материаловедения, где эти методы оказались практически незаменимыми для понимания происходящих процессов. Подобных примеров в литературе в настоящее время имеется великое множество и этот раздел мог бы составить отдельную весьма интересную книгу.

4.6. 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. M.V.Locquim, M.Langeron,
Handbook of Microscopy,
Butterworths,1983,p.322

8.I. Watt,
The Priciples and Practice of Electron Microscopy,
Cambridge University Press,1985,p.303

9. П.Хирш, А.Хови, Р.Николсон, Д.Пэшли, М.Уэлан,
Электронная микроскопия тонких кристаллов,
Москва,Мир,1968,с.574

10. Г.Томас, М.Дж.Гориндж
Просвечивающая электронная микроскопия материалов
Москва,Наука,1983,с.318

11. Р.Хейденрайх,
Основы просвечивающей электронной микроскопии,
Москва, Мир, 1966,с.472

12. Дж.Спенс,
Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения,
Москва, Наука, 1986,с.320

13. Современная электронная микроскопия в исследовании вещества,
Сборник под ред.Б.Б.Звягина,
Москва,Наука,1982,с.285

14. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении,
Сборник под.ред.С.Амелинкса,
Москва,Металлургия,1984,с.502

15. С.Амелинкс
Методы прямого наблюдения дислокаций,
Москва,Мир,1968,с.440

16. O.Scherzer,
Theoretical Resolution Limit of the Electron Microscope,

J.Appl.Phys.,1949,20,1,20-30

17. P.Goodman, A.F.Moodie,
Numerical Evaluation of N-beam Wave Functions in Electron Scattering by the Multi-slice Method,
Acta Cryst.(1974),A30,280-290

18. P.M.Fields, J.M.Cowley,
Computed Electron Microscope Images of Atomic Defects in F.c.c.Metals,
Acta Cryst,(1978),A34,103-112

19. J.C.Spence,
Approximations for Dynamical Calculations of Microdiffraction Patterns and Images of Defects,
Acta Cryst.(1978),A34,112-116

20. J.G.Allpress, E.A.Hewat, A.F.Moodie, J.V.Sanders,
n-Beam Lattice Images. I.Experimental and Computed Images from $W_4Nb_{26}O_{77}$,
Acta Cryst.,(1972),A28,6,528-536

21. D.F.Lynch, M.A.O'Keefe,
n-Beam Lattice Images. II.Methods of Calculation,
Acta Cryst.,(1972),A28,6,536-548

22. G.R.Anstis, D.F.Lynch, A.F.Moodie, M.A.O'Keefe,
n-Beam Lattice Images. III.Upper Limits of Ionicity in $W_4Nb_{26}O_{77}$,
Acta Cryst.,(1973),A29,2,138-147

23. M.A.O'Keefe,
n-Beam Lattice Images. IV.Computed Two-Dimensional Images,
Acta Cryst.,(1973),A29,4,389-407

24. J.M.Cowley, A.P.Pogany,
Diffuse Scattering in Electron Diffraction Patterns. I.General Theory and Computational Methods.
Acta Cryst.,(1968),A24,1,109-116

25. B.Dawson, P.Goodman, A.W.S.Johnson, D.F.Lynch, A.F.Moodie,
Some Definitions and Units in Electron Difraction,
Acta Cryst.,(1974),A30,2,297-298

26. J.M.Cowley, S.Iijima,
Z.Naturforsch.,(1971),27a,3,445-451

27. J.M.Cowley, A.F.Moodie,
Acta Cryst.,(1957a),10,609-619

28. J.M.Cowley, A.F.Moodie,
Proc.Phys.Soc.,(1957b),B70,486-496

29. J.M.Cowley, A.F.Moodie,
Proc.Phys.Soc.,(1960),76,378-384

30. D.F.Linch, A.F.Moodie
Acta Cryst.,(1975),A31,300-

31. P.L.Fejes,
Approximations for the Calculation of High-Resolution Electron Microscope Image of Thin Films,
Acta Cryst.,1977,A33,1,109-113

32. H.Hashimoto,
Development of High Resolution Electron Microscopy in Atomic Level and its Future,
J.Electron Microsc.,1979,28,sup.1-8

33. T.Mulvey,
Changes in Direction for Electron Beam Holography,
European Microscopy and Analysis,1994,27,31-33

34. J.G.Allpress, J.V.Sanders,

TheDirect Observation of the Structure at RealCrystals by Lattice Imaging,
J.Appl.Cryst.,1973,6,165-190

35. L.L.Hutchison, M.C.Irusteta, E.J.W.Whittaker,
High-Resolution Electron Microscopy and Diffraction Studies of Fibrous Amphiboles,
Acta Cryst.,1975,A31,794-799

36. S.Iijima,
High-Resolution Electron Microscopy of Crystal Lattice of Titanium-Niobium Oxide,
J.Appl.Phys.,1971,42,13,5891-5893

37. J.L.Hutchison, T.Honda, E.Boyes,
Atomic Imaging of Semicoductors,
Jeol News,1986,24E,3,9-13

38. K.Izui, S.Furuno,
Comment to the Images of Silicon in <110> Orientation,
Ultramicroscopy,1987,21,399-402

39. K.Hiraga, D.Shindo, M.Hirabayashi, M.Kikuchi, Y.Syono,
High Resolution Electron Microscopy of High-Tc Superconductor Y-Ba-CuO,
J.Electron Microsc,1987,36,4,261-269

40. Y.Hirotsu, Y.Nakamura, Y.Murata, S.Nagakura, T.Nshihara, M.Takata,
High Resolution Electron Microscopy of Crystal and Defect Structures of the High-Tc Superconductor $Ba_2YCu_3O_{7-x}$,
Jap.J.Appl.Physics,1987,26,7,L1168-L1171

41. Y.Matsui, E.Takayama-Muromachi, S.Horiuchi, K.Kato,
High Resolution Transmission Electron Microscopy of Defects in High Tc Superconductor $Ba_2YCu_3O_y$
Jap.J.Appl.Physics,1987,26,5,L777-L779

42. Y.Kitano, I.Mukouda, Y.Komura, H.Fujii, T.Okamoto,
Electron Microscope Observation of Fabrics of the High-Tc Y-Ba-Cu-Oxide,
J.Electron Microsc.,1987,36,4,241-245

43. G.Thomas, R.Ramesh, C.J.D.Hetherington,
Electron Microscopy of Bi-Ca-Sr-Cu-O High Tc Superconductors,
Jeol News,1988,26E,2,2-7

44. K.Hiraga, D.Shindo, M.Kikuchi, S.Nakajima,
Determination of Ordered Arrangements of Oxygen Atoms In High-Tc Superconducting Oxides With a 400kv High-Resolution Electron Microscope, Jeol News,1988,26E,2,8-11

45. G.V.Tedeloo, J.V.Landuyt, S.Amelinckx,
Atomic Imaging of the High Temperature Superconductors Bi-Sr-Ca-Cu-O and Tl-Ba-Ca-Cu-O,
Jeol News,1988,26E,2,12-15

46. Y.Matsui, H.Maeda, Y.Tanaka, S.Horiuchi, S.Takekawa, E.Takayama-Muromachi, A.Umezono, K.Ibe,
Applications of High Resolution Electron Microscopy to the Modulated Structures in Bismuth-Based Superconducting Oxides,
Jeol News,1988,26E,2,16-21

47. M.Sugiyama, H.Kubo,
Structural Characterization of Superconductors Using a Superconducting Cryogenic Microscope (SCM),
Jeol News,1988,26E,2,22-25

48. Bourret
Исследование структуры ядра дислокаций с помощью изображений решетки,
Phil.Mag.,1979,39,419-

49. D.J.H.Cockayne, J.R.Parsons, C.W.Hoelke,
A Study of the Relationship Between Lattice Fringes and Lattice Planes in Electron Microscope Images of Crystals Containing Defects,
Phil.Mag.,1971,24,187,139-153

50. S.Iijima,
Yigh-Resolution Microscopy of Nonstoichiometric $Nb_{22}O_{54}$ Crystals: Point Defects and Structureal Defects,
Acta Cryst.,1974,A30,2,251-257

51. V.Gontcharov, E.Suvorov,
Electron-Microscopy Investigation of the Structure of Defects,
In book: Springer Series in Materials Science, "The Real Structure of High-Tc Superconductors", 23,1993,5-21

52. V.Gontcharov, E.Suvorov, P Werner,
Investigation of Structure of Microtwins in Monocrystal Si Ribbon by HREM,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,801-802

53. М.В.Аркавая, В.А.Гончаров, Э.В.Суворов,
Особенности пластической деформации сдвойникованных монокристаллов кремния,
5-ая Международная конференция "Структура и свойства дислокаций в полупроводниках", Звенигород, 1986, Сборник докладов, 17-21

54. M.EL.Kajbaji, J.Thibault-Desseaux, A.Bouret,
Interaction Between Dislocations and Σ=9 Grain Boundary in Silicon Studied by HREM,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,113-116

55. Krivanek
Определение структуры межзеренных границ на атомном уровне разрешения
Phil.Mag.,1077,36,931-

56. Y.Ishida, H.Ichinose,
Interface Structures in Metals and Ceramics,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,155-158

57. W.Krakow, D.A.Smith,
The Determination of Interfacial Atomic Structure by High Resolution Electron Microscopy,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,117-120

58. S.Iijima,
Dynamic Behaviors of Small Metallic Particles,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,87-90

59. L.R.Wallenberg, A.K.Petford-Long, D.J.Smith, J.-O.Bovin,
Atomic Resolution Real Time Video Recordings of Structural Rearrangementsin Small Metal Crystals, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,101-102

60. L.D.Marks,
Small Particles and Surfaces,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,91-94

61. D.Shechtman, I.Bblech, D.Gratias, J.W.Cahn,
Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry,
Phys.Rev.Lett.,1984,53,20,1951-1953

62. K.Hiraga, M.Hirabayashi, A.Inoe, T.Masumoto,
High-Resolution Electron Microscopy of Al-Mn-Si Icosahedral and Al-Mn Decagonal Quasicrystals,
J.Microscopy,1987,146,3,245-260

63. K.H.Kuo,
Quasicrystal or Multiple Twins?,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,159-162

64. K.Hiraga, M.Hirabayashi, D.Shindo,
High-Resolution Electron Microscopy of Al-Mn Al-Mn-Si Quasicrystals,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,163-164

65. Y.Saito, A.Takemoto, N.Tanaka,K.Mihama,
Fine Particles of Icosahedral Al-Mn Alloy Produced by Gas Evaporation Tecnique,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,169-170

66. M.Tanaka, M.Terauchi, K.Hiraga, M.Hirabayashi,

Convergent- and Small-Area-Parallel-Beam Electron Diffraction of Icosahedral Quasicrystals,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,171-172

67. H.Fujita, K.Ura, M.Kubozoe, H.Ato, K.Miyauchi, T.Onai, K.Shii,
300kV high Resolution Electron Vicroscope (H-9000) with Analytical, System,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,909-910

68. P.B.Hirsch,
Application of HVEM to Materials Science: recent Results and Future Prospects,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1013-1018

69. I.J.Murgatroyd, J.L.Hutchison, T.M.Kerr,
Distinguishing, GaSb and AlSb Laers in a Multiple Quantum Well by HREM,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1477-1478

70. G.T.Sagey, G.Schffmacher, J.Y.Laval, C.Delamarre, A.Dubon, B.Guenais, A.Regreny,
Atomic Structure of Interfaces GaAs/AlAs Sperlattices,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1479-1480

71. H.Ichinose, T.Furuta, H.Sakaki, Y.Ishida,
Lattice Imaging of GaAs/AlAs Heterointerface by the [100] Illumination,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1483-1484

72. H.Ichinose, T.Furuta, H.Sakaki, Y.Ishida,
High Resolution Electron Microscopy of GaAs/AlAs Heterointerfaces,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1485-1486

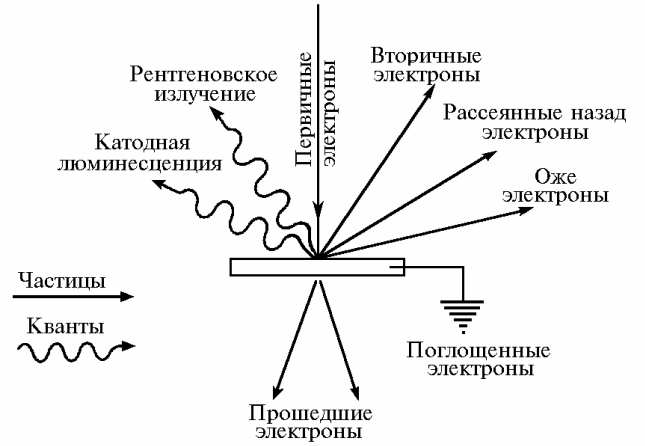
ГЛАВА 5
РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

5.1. ВВЕДЕНИЕ

Принципиально новая идея построения электронного микроскопа была сформулирована в 1935 году М.Кнолем (идея оптического сканирующего микроскопа была ранее высказана и реализована одним из создателей современного телевидения В.К.Зворыкиным в 1924 году) [1-5]. Согласно этой идее изображение объекта 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 [2-4].

При взаимодействии электронов зонда с веществом возникают ответные сигналы различной физической природы (отраженные и вторичные электроны, Оже-электроны, рентгеновское излучение, свет, поглощенный ток и пр.), которые используются для синхронного построения изображения на экране монитора. На рис.5.1 представлена схема образования вторичных сигналов под влиянием электронного зонда. Для формирования изображения не используется электронно-оптическая система. Изменение масштабов изображения осуществляется радиотехническими средствами.

Рис.5.1. Схема образования вторичных сигналов при взаимодействии электронов зонда



с веществом мишени.

Поэтому растровые электронные микроскопы (РЭМ) принципиально отличаются от микроскопов, как дифракционных приборов, в обычном понимании этого термина. По существу РЭМ - это телевизионный микроскоп.

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) [2-4]. 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 [5-11].

5.2. УСРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ РЭМ

Растровый электронный микроскоп является вакуумным прибором, так как при нормальном атмосферном давлении электронный пучок сильно рассеивается и поглощается, что делает невозможным его фокусировку. Поэтому рабочий вакуум в камере микроскопа должен быть 10^{-5} *тор*., или лучше. Схема основных узлов растрового микроскопа приведена на рис.5.2. Электронный пучок от источника электронов специальной конденсорной системой формируется в виде хорошо сфокусированного зонда и проходит через систему управляющих электродов или электромагнитов, которые перемещают пучок по поверхности образца по траектории, образующей растр, аналогичный телевизионному растру [5-6].

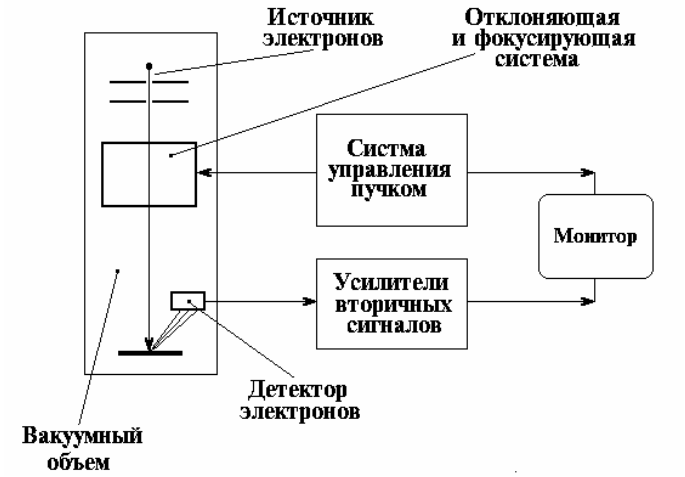


Рис.5.2. Упрощенная схема, иллюстрирующая работу РЭМ.

Перемещение зонда по поверхности образца должно происходить с очень высокой точностью и будет, в конечном счете, наряду с размером зонда, определять величину разрешения прибора. В результате взаимодействия пучка электронов с поверхностью образца возникает ответная реакция, которая регистрируется соответствующими датчиками. Регистрируемый датчиками сигнал используется в дальнейшем для модуляции яркости электронного пучка в электронно-лучевой трубке монитора. Величина этого вторичного сигнала будет зависеть от физических свойств поверхности образца и может меняться от точки к точке. В результате на экране монитора образуется изображение поверхности образца, отображающее топографию соответствующего физического свойства исследуемого образца. Таким образом можно исследовать топографию неоднородностей дефектов и состояния поверхности: например, топологию поверхности (границы зерен, поры, трещины, неоднородности состава и др.) - в отраженных или вторичных электронах; распределение элементного состава по поверхности образца - в характеристическом рентгеновском излучении; распределение донорных или акцепторных центров - по величине поглощенного тока; топографию магнитной доменной структуры - во вторичных электронах и пр.

Коэффициент увеличения изображения в РЭМ определяется отношением линейных размеров растра, освещаемого зондом, на поверхности образца *d* и на экране монитора *D,* т.е. $M = D / d$.

Разрешение, достигаемое в РЭМ, ограничено эффективным размером элемента изображения, или, другими словами, размером области в образце, возбуждаемой электронным зондом, имеющим диаметр d_z. С другой стороны величина тока сфокусированного электронного пучка, взаимодействующего с поверхностью образца, определяет интенсивность вторичных сигналов. Поэтому электронно-оптическая система, формирующая зонд, должна обеспечивать получение максимально возможного тока при минимально возможном размере зонда.

5.2.1. ФОРМИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ЗОНДА

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 сфокусировать электронный пучок в области, расположенной за модулятором, с диаметром d_0 и расходимостью α_0 и называемой кроссовером. На рис.5.3 показана схема электронной обычной пушки. Типичные значения d_0 и α_0 для электронных пушек, используемых в рентгеновских микроанализаторах и растровых электронных микроскопах, составляют $d_0 \approx 25 \div 100$ ìêì и $\alpha_0 \approx (3 \div 10) \cdot 10^{-3}$ *рад* [5-11].

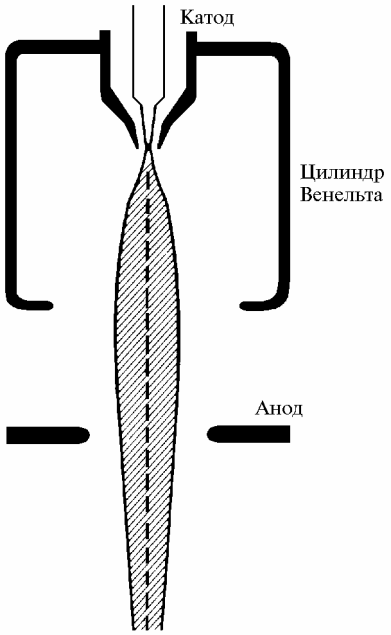


Рис.5.3. Схема устройства электронной пушки.

Для вольфрамового катода при плотности тока $J_0 = 1.75\, A/cì^2$ и ускоряющем напряжении *25kV* ток пучка составляет $I_z = 100 \div 200$ *мка.* Для получения достаточного разрешения обычно необходимо уменьшить размеры зонда до величины *50Å÷1мкм*, т.е. в *10000* раз, при этом существенно уменьшается ток пучка до *0.01на*.

Уменьшенное изображение кроссовера в дальнейшем формируется конденсорной системой микроскопа, которая может состоять из одной или

нескольких линз, причем последняя линза, формирующая минимальное пятно зонда на поверхности объекта, называется объективной линзой.

Если аберрации в конденсорной системе полностью отсутствуют, можно показать, что минимальный размер пятна *d* на образце будет иметь вид

$$d = \sqrt{\frac{i}{B\alpha^2}}, \quad \text{где} \quad B = \left(0.62\pi/4\right)\cdot\left(\frac{eV_0}{kT}\right)\cdot J_0. \qquad (5.1)$$

Из приведенного соотношения видно, что для увеличения тока пучка при постоянном диаметре зонда необходимо увеличивать апертуру электронного пучка. Ситуация существенно усложняется при учете аберраций линз, так как увеличение апертуры будет приводить к дополнительному размытию пучка, и, поэтому, увеличение апертуры всегда ограничено, а следовательно ограничен и ток зонда. В общем случае при учете дифракционной, сферической и хроматической ошибок эффективный минимальный диаметр зонда определяется соотношением

$$d_z = \sqrt{d_0^{\,2} + d_s^{\,2} + d_c^{\,2} + d_d^{\,2}} \qquad (5.2)$$

Подставляя сюда соответствующие величины аберраций, получим

$$d_z = \sqrt{\left[\frac{i}{B} + (1.22\lambda)^2\right]\cdot\frac{1}{\alpha^2} + (0.5C_s)^2\cdot\alpha^6 + \left(\frac{\Delta E}{E_0}\cdot C_c\right)^2\cdot\alpha^2} \qquad (5.3)$$

Приведенное уравнение можно исследовать на экстремум, продифференцировав его по α, и определить минимальную величину диаметра зонда и максимальный ток зонда

$$d_{min} = 1.29\,C_s^{1/4}\cdot\lambda^{3/4}\left[7.92\left(iT/J_0\right)\cdot 10^9 + 1\right]^{3/8}, \qquad (5.4)$$

$$i_{max} = 1.26\cdot\left(J_0/T\right)\cdot\left[\left(0.51 d^{8/3}/C_s^{2/3}\cdot\lambda^2\right) - 1\right]\cdot 10^{-10}, \qquad (5.5)$$

$$\alpha_{opt} = \left(d/C_s\right)^{1/3} \qquad (5.6)$$

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.

5.2.2. 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 такие слабые сигналы, что, в свою очередь, является сложной технической задачей [5-11].

Сцинтилляционный детектор. В настоящее время наиболее широкое распространение в РЭМ для регистрации вторичных электронов получили сцинтилляционные детекторы. Устройство такого детектора показано на рис.5.4. Вторичные электроны попадают на сцинтиллятор, преобразующий энергию электрона в световой импульс, который улавливается фотокатодом, преобразуется снова в фототок и затем усиливается фотоэлектронным умножителем. Между сцинтиллятором и фотоэлектронным умножителем помещается световод, позволяющий вывести фотоумножитель, работа которого крайне чувствительна к внешним электрическим и магнитным полям, за пределы вакуумной камеры РЭМ. Так как большинство используемых сцинтилляторов генерируют свет под действием электронов с энергией более *10кэв,* на его внешнюю поверхность наносится тонкий полупрозрачный металлический слой и на него подается положительное напряжение около *12кв* для сбора и ускорения низкоэнергетической части спектра (истинно) вторичных электронов. Чтобы исключить влияние этого электрического поля на первичные электроны зонда, сцинтиллятор помещается внутрь цилиндра Фарадея, на который подается напряжение порядка нескольких десятков вольт (*-50÷+250в*), причем небольшой положительный потенциал используется для сбора низкоэнергетических электронов, которые, попадая внутрь цилиндра, ускоряются дополнительным потенциалом, имеющимся на поверхности сцинтиллятора. Отрицательное напряжение на коллекторе полностью запирает вход детектора для низкоэнергетической части вторичных электронов, позволяя наблюдать контраст только в отраженных электронах. Детектор в таком виде получил название детектора Эверхарта-Торнли, по имени разработавших его авторов. Следует подчеркнуть, что эффективность сбора низкоэнергетических электронов будет выше, чем для высокоэнергетических. Это становится понятным из рис.5.4 Угол сбора электронов низкоэнергетической части спектра увеличивается за счет положительного потенциала коллектора. Для отраженных электронов угол сбора определяется только размером входного угла детектора, и его расстоянием до образца.

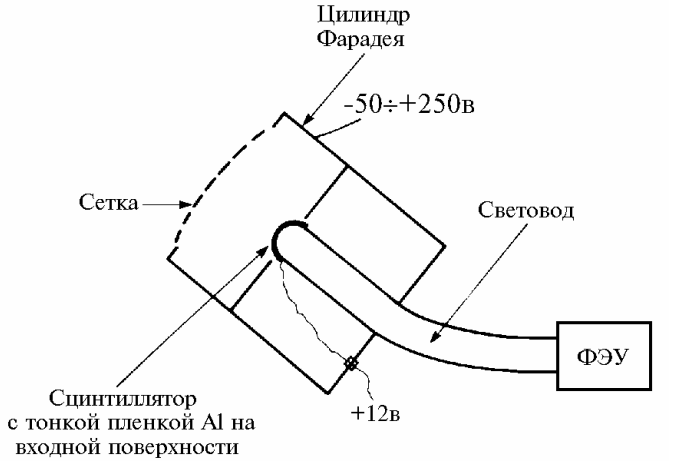


Рис.5.4. Схема устройства детектора Эверхарта-Торнли.

Наконец, необходимо подчеркнуть, что материал сцинтиллятора постепенно деградирует за счёт накопления радиационных дефектов под действием подающих на него электронов, ухудшая эффективность детектора, и требует периодической замены.

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.

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. 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.

5.3. ВЗАИМДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ВЕЩЕСТВОМ

При попадании электронов зонда на поверхность мишени-образца происходит множество достаточно сложных явлений, связанных с передачей энергии электронов пучка веществу мишени [5,11-15]. 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 $\sigma = \frac{n}{n_m n_0}$, а длина свободного пробега - $\lambda = \frac{A}{N_0 \rho \sigma}$, где 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.

5.3.1. ОСНОВНЫЕ МЕХАНИЗМЫ ПОТЕРЬ ЭНЕРГИИ ЭЛЕКТРОНОВ В ВЕЩЕСТВЕ (УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ ПОТЕРИ)

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 φ и атомного номера Z и описывается формулой Резерфорда

$$\sigma_r = 1.62 \cdot 10^{-20} \cdot \left(\frac{Z}{E} \cdot ctg \frac{\varphi}{2} \right)^2 \qquad (5.7)$$

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 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. Окончательное выражение для скорости потерь энергии электронов имеет вид

$$-\frac{dE_m}{dX} = 2\pi e^4 N_0 \cdot \frac{Z}{A} \cdot \frac{\rho}{E_m} ln\left(\frac{1.166 E_m}{J}\right), \qquad (5.8)$$

здесь E_m - средняя энергия электронов, е - заряд электрона, ρ - плотность вещества, Z - атомный номер, A - атомный вес, N_0 - число Авагадро. Параметр J - получил название среднего потенциала ионизации элемента и равен

$$J = \left(9.76 Z + 58.5 Z^{-0.19}\right) \cdot 10^{-3}\ êýâ \qquad (5.9)$$

Для описания средних потерь энергии иногда используют еще выражение средней тормозной способности

$$S = -\frac{1}{\rho} \cdot \frac{dE_m}{dx}, \qquad (5.10)$$

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

$$R = \int_{E_m}^{E=0} \frac{dE}{\left(dE_m / dx\right)}, \qquad (5.11)$$

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

$$R = 0.0276 \cdot E^{1.67} \cdot \left(\frac{A}{Z^{0.889}\rho}\right). \qquad (5.12)$$

Если в этой формуле E задается в *кэв*, A - *г/моль*, а ρ в *ã/ñì* ^{3} - вычисленная полная длина пробега электронов в мишени будет выражена в μm. 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.

Рассмотрим несколько подробнее основные механизмы взаимодействия электронного пучка с веществом мишени.

5.3.2. ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ СИГНАЛОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В РЭМ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ

Отраженные электроны (рассеянные назад электроны)**.** Ранее уже отмечалось, что 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

$$\eta = -0.0254 + 0.0016Z - 1.86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8.3 \cdot 10^{-7} Z^3 + \ldots, \qquad (5.13)$$

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

$$\bar{\eta} = \sum_{j=1}^{N} \eta_j C_j \qquad (5.14)$$

Наличие такой связи между током отраженных электронов и атомным номером элемента позволяет при определенных условиях качественно оценивать элементный состав приповерхностного слоя образца.

На первый взгляд может показаться, что все отраженные электроны должны иметь энергию, близкую к энергии падающего пучка. Однако это не так. Как отмечалось выше, часть отраженных электронов образуется в результате однократного акта - упругого рассеяния, другая часть может возникнуть в результате многократных актов рассеяния на малые углы, и, наконец, могут быть электроны, образовавшиеся в результате совместного действия двух этих процессов - электрон растрачивает часть энергии на неупругие столкновения и, наконец, отражается упруго, но уже с меньшей энергией [12,13]. Как показывают специальные оценки, сделанные на основании расчетов рассеяния по методу Монте-Карло, и соответствующие эксперименты, с ростом атомного номера элементов мишени растет доля электронов, рассеянных преимущественно по упругому механизму (см. рис.5.5). Однако всегда имеется значительная часть электронов, проникшая вглубь мишени и растратившая часть энергии на неупругие взаимодействия. Такие электроны также имеют вероятность покинуть образец в виде отраженных электронов, уменьшающуюся с ростом глубины. При этом область взаимодействия электронов зонда расширяется под поверхностью образца. Если падающий пучок электронов хорошо сфокусирован и имеет практически нулевое поперечное сечение, отраженные электроны покидают поверхность мишени из области, диаметр которой примерно равен длине пробега электронов в мишени. Распределение количества электронов в этой области имеет вид колокола, причем наибольшая часть электронов сосредоточена внутри области *0.5R*. Поэтому разрешение сканирующего микроскопа в отраженных электронах обычно оценивается этой величиной. Оценки глубины выхода отраженных электронов дают величину, приблизительно равную *0.3R*.

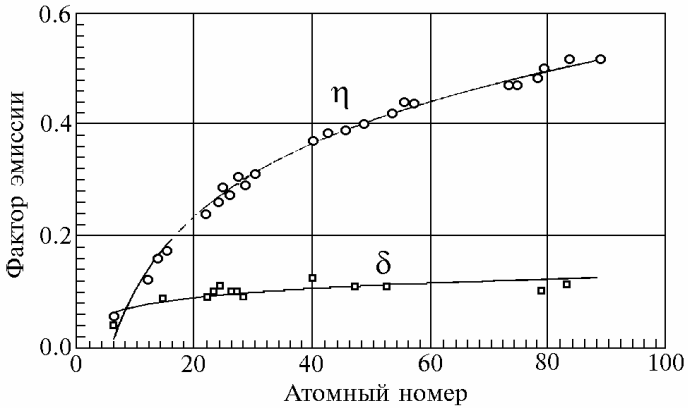


Рис.5.5. Зависимость коэффициента эмиссии электронов от атомного номера элементов мишени. η - коэффициент отражения; δ - коэффициент истинно вторичной эмиссии.

Коэффициент отражения электронов зависит от угла наклона мишени по отношению к пучку зонда. При увеличении угла наклона коэффициент отражения η!! возрастает. Угловое распределение отраженных электронов зависит от угла падения: при нормальном падении оно симметрично; с увеличением угла появляется ярко выраженная асимметрия в направлении первичного пучка.

Вторичные электроны. 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. Ниже пойдет речь только об истинно вторичных электронах, которые в растровой электронной микроскопии получили название просто вторичных электронов. Такие электроны имеют энергию существенно меньше *50эв*. На рис.5.6 показано распределение по энергии электронов, покидающих поверхность образца в результате воздействия на нее электронов зонда. 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 вторичные электроны. Коэффициент эмиссии вторичных электронов определяется, как

$$!!\ \delta = \frac{n_s}{n_z} = \frac{i_s}{i_z} = \delta_s + \eta_e + \eta_{ne}, \qquad (5.15)\ \P\ \Gamma^{\perp}$$

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!! $^{\perp}{}_{ne}$ - 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.

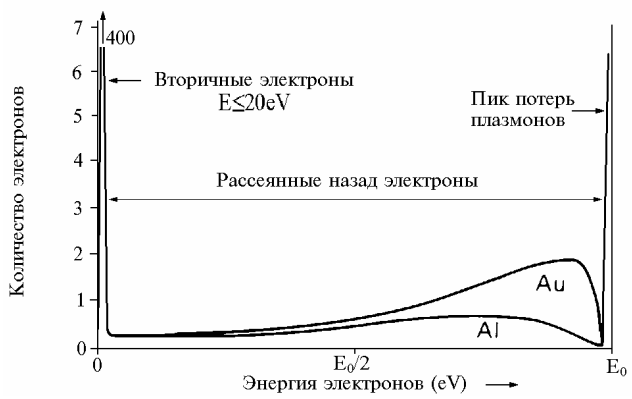


Рис.5.6. Энергетический спектр электронов покидающих поверхность мишени под действием электронов зонда.

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 $\delta^{\perp}{}_{s}$ 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.

Следует подчеркнуть, что завершенной теории электронной эмиссии электронов в настоящее время не существует. Для описания этих сложных процессов используют различные приближения квантовой механики и, достаточно часто, полуэмпирические соотношения.

Рентгеновское излучение. Наряду с отраженными и вторичными электронами в материале мишени за счет неупругих потерь энергии электронов зонда возникает рентгеновское излучение. Известно, что возможно два принципиально различных пути возникновения рентгеновских квантов [16,17]. В результате торможения электронов зонда в кулоновских полях атомов образуется так называемое тормозное или непрерывное рентгеновское излучение. Интенсивность непрерывного рентгеновского излучения описывается соотношением Крамерса

$$I_T \sim i_z \cdot \overline{Z} \cdot \frac{E_z - E}{E} = i_z \cdot \overline{Z} \cdot \left(\frac{\lambda}{\lambda_{min}} \right) \qquad (5.16)$$

где i_z - ток зонда, Z - усредненный атомный номер атомов мишени, λ - текущее значение длины волны, соответствующее значению E энергии электрона, λ_{min} - коротковолновая граница спектра (граница Дуана-Ханта), связанная с энергией E_z электронов зонда соотношением

$$\lambda_{min} = \frac{h\nu}{eE_z} \qquad (5.17)$$

Спектр тормозного излучения имеет вид асимметричного колокола (см. рис.5.7а,б), ограниченного со стороны коротких длин волн границей Дуана-Ханта. Кванты с такой длиной волны возникают в результате однократного акта потери всей энергии электрона. Как видно из соотношения Крамерса, спектр тормозного рентгеновского излучения зависит как от атомного номера мишени, так и от энергии электронов зонда. Интенсивность тормозного спектра растёт с увеличением энергии бомбардирующих мишень электронов и с увеличением атомного номера элемента мишени.

Наряду с актами торможения электроны зонда могут выбивать связанные электроны с глубоких внутренних *K-, L-, M*-оболочек, переводя атом в возбужденное состояние. Возбужденные атомы возвращаются в основное стационарное состояние в результате электронных переходов с более высокой оболочки с излучением избыточной энергии в виде кванта рентгеновского излучения. Величина энергии кванта определяется разностью энергий уровней

$$E_1 - E_2 = h\nu \qquad (5.18)$$

Все возможные излучательные переходы атома из начального *K*-состояния образуют наиболее жесткую коротковолновую *K*-серию (см. рис.5.7в). Аналогично образуются другие *L-, M-, N-* серии. В результате на непрерывный спектр накладываются острые пики характеристического излучения, соответствующие этим переходам. На рис.5.7 показан общий вид интенсивности рентгеновского излучения от длины волны.

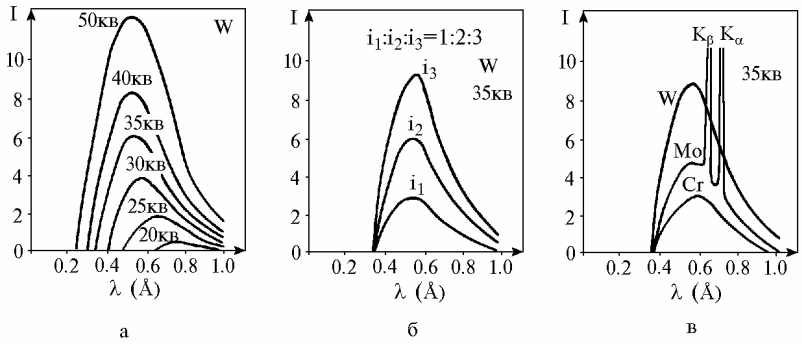


Рис.5.7. Общий вид рентгеновского спектра. а)-характер изменений рентгеновского спектра возбуждаемого на мишени из W с ростом ускоряющего напряжения; б)вид спектра для нескольких значений тока зонда; в)-рентгеновские спектры для трех различных материалов мишени.

Анализируя рентгеновские спектры различных элементов, H.Moseley в 1914 году установил, что длина волны рентгеновского излучения $\lambda^{\perp}$ и атомный номер Z элемента, который испустил квант, связаны соотношением

$$!!\ \lambda = \frac{B}{\left(Z - C\right)^2}, \P\ \Gamma^{\perp} \qquad (5.19)$$

получившим название закона Мозли. Величины B и C здесь - численные константы. Эта зависимость показывает, что между параметрами характеристического рентгеновского спектра и составом мишени существует взаимно однозначное соответствие, что и является основой рентгеноспектрального анализа атомного состава материалов.

Исследования интенсивности линий характеристического излучения показали, что они связаны с энергией электронов зонда следующим соотношением

$$I_c \sim i_z\left(E_z - E_i\right)^{1.4} \P\ \Gamma^{\perp}, \qquad (5.20)$$

где E_i - критическая энергия возбуждения соответствующего уровня, E_z- энергия электронов пучка. Так как интенсивность характеристических линий всегда наложена на интенсивность непрерывного спектра, представляющего собой по существу постоянный уровень фона, всегда затрудняющего точное определение положения линий характеристического спектра, отношение интенсивности характеристической линии к интенсивности непрерывного спектра описывает отношение пик/фон, т.е. характеризует точность измерения. Поэтому представляет интерес определить вид этой функции

$$\frac{\text{ïèê}}{\text{ôîí}} = \frac{I_C}{I_T} \approx \frac{E \cdot \left(E_z - E_i\right)^{1.7}}{Z \cdot \left(E_z - E\right)}. \qquad (5.21)$$

Полагая, что $E_i \approx E$, получим

$$\frac{\text{ïèê}}{\text{ôîí}} \approx \frac{E_i\left(E_z - E_i\right)^{0.7}}{Z} \P\ \Gamma^{\perp} \qquad (5.22)$$

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

$$I = I_0 e^{-\mu z} \qquad (5.23)$$

На практике чаще используют массовые коэффициенты поглощения, $\mu/\rho^{\perp}$. Массовые коэффициенты различных веществ плавно уменьшаются с ростом энергии рентгеновского излучения. Однако когда энергия кванта становится достаточной для вырывания связанного электрона с какого-либо уровня для данного элемента, коэффициент поглощения резко возрастает. Этот скачок коэффициента поглощения получил название края поглощения. Далее с ростом энергии кванта коэффициент поглощения продолжает плавно убывать с ростом энергии кванта, пока не сравняется со следующим электронным уровнем.

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 L_2. Этот электрон выходит за пределы мишени и регистрируется, как Оже электрон. Энергия такого электрона будет равна

$$E_K - E_{L1} - E_{L2} - \varphi_A \qquad (5.24)$$

φ_A - здесь работа выхода. Поскольку в оже-электронной эмиссии часто участвуют валентные электроны и существенную роль играет энергия связи внутренних уровней, энергия оже-электронов будет определяться химическим окружением. Под влиянием энергии связи электронные уровни могут сдвигаться 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. Таким образом, основная область применения оже-электронов - это исследования состояния атомов на поверхности мишени.

Катодолюминесценция - это люминесценция, возникающая при возбуждении кристаллической решетки мишени под действием электронов зонда. Ускоренные электроны, попадая в кристаллическую решетку диэлектрика или полупроводника, вызывают ионизацию атомов, возникают вторичные электроны, которые в свою очередь могут производить ионизацию, пока окончательно не растратят всю энергию или не покинут мишень. Образовавшиеся дырки, перемещаясь по решетке, захватываются центрами люминесценции, где через какое-то время происходит рекомбинация электронов и дырок, приводящая к образованию 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.

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.

5.3.3. ОБЛАСТЬ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОНОВ ЗОНДА С ВЕЩЕСТВОМ

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 [18-20].

Согласно формуле Резерфорда сечение упругого рассеяния обратно пропорционально энергии частиц. Поэтому при первых актах взаимодействия, когда энергия частиц ещё велика, вероятность рассеяния на большие углы мала. На этом этапе наиболее вероятным процессом взаимодействия является неупругое рассеяние на малые углы. С продвижением электронов в глубь мишени они теряют часть энергии, возрастает вероятность упругих взаимодействий, т.е возрастает угол рассеяния, а это в свою очередь ведет к увеличению поперечных размеров области взаимодействия с ростом глубины. Таким образом из общих соображений следует, что область взаимодействия должна иметь форму груши, висящей от поверхности внутрь мишени. На рис.5.8 показан вид области взаимодействия и её ориентация под поверхностью мишени.

Рис.5.8. Общий вид области взаимодействия электронов зонда с мишенью.

Область взаимодействия можно наблюдать экспериментально, используя некоторые органические материалы, например, *полиметилметакрилат,* в

которых под действием электронов происходят химические реакции, приводящие к частичному или полному распаду молекул [18]. Можно подобрать специальные растворители, которые будут удалять разложившиеся молекулы, в результате в материале образуется полость, соответствующая области взаимодействия электронов с веществом мишени. На рис.5.9 показана область взаимодействия, полученная таким способом. Как и следует из соображений, приведенных выше, глубина области взаимодействия примерно соответствует полной длине пробега электрона в веществе мишени и составляет согласно формулы Канайя-Окаяма несколько микрон. Из рис.5.9 видно, что глубина области взаимодействия несколько больше её ширины.

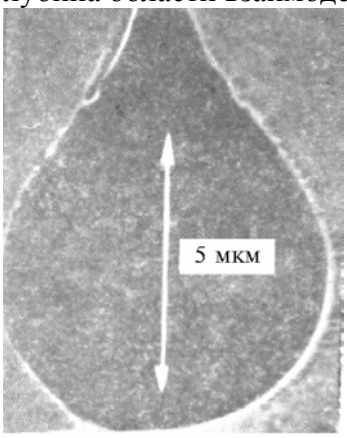


Рис.5.9. Область взаимодействия электронного пучка с мишенью из полиметилметакрилата, полученная после растворения продуктов распада [18].

Траектории движения электронов, а, следовательно, и параметры области взаимодействия могут быть получены из расчетов по методу Монте-Карло. Суть таких расчетов состоит в следующем [19,20]. Электрон зонда с энергией E_z попадает на поверхность мишени в некоторую точку $\boldsymbol{r_0}$. В результате упругого или неупругого взаимодействия электрон отклонится от первоначального направления движения на угол φ_0 и, двигаясь в материале мишени с новым значением энергии E_0, пройдет расстояние δr_0 до следующего акта взаимодействия в точке r_1. В этой точке произойдет новое взаимодействие, в результате чего параметры очередного отрезка траектории будут $(\varphi_1, E_1, \delta r_1)$. Каждая следующая точка взаимодействия на траектории будет характеризоваться параметрами $(\varphi_i, E_i, \delta r_i)$. Расчет траектории и потерь энергии производится до тех пор, пока энергия электрона не уменьшится до некоторого порогового значения (≈ 500*эв*), при котором происходит захват электрона зонда мишенью.

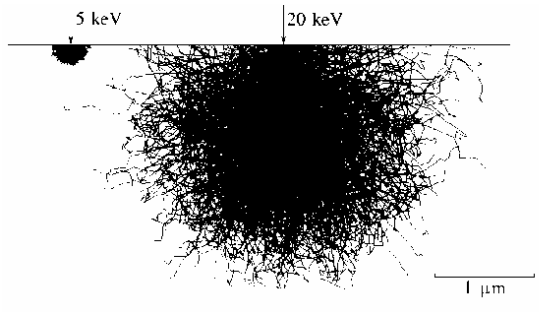


Рис.5.10. Характер траекторий электронов, полученных в результате расчета по методу Монте-Карло, и формирование области взаимодействия [20].

Значения $(\varphi_i, E_i, \delta r_i)$ получают из соответствующих распределений по закону случайных чисел. Число шагов в расчете оказывается достаточно большим, порядка *1000.*

Для получения хорошей статистики приходится рассчитывать порядка нескольких тысяч траекторий. Если теперь нанести все полученные таким образом траектории на диаграмму (см. рис.5.10), получится расчетное изображение области взаимодействия.

Часто на практике для грубых оценок области взаимодействия по формуле Канайе-Окаяме определяют полную длину пробега электронов для заданного значения энергии зонда, и из точки на поверхности мишени строят полусферу этого радиуса, выделенная полусфера и принимается для простоты за область взаимодействия электронов зонда с мишенью.

5.4. ФОРМИРОВАНИЕ КОНТРАСТА В РЭМ

5.4.1. ОСНОВНЫЕ МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯЯ ИЗОБРАЖЕНИЯЯ В РЭМ

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[5-11,14,15,22]. 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 $C = 2 \cdot \frac{S_1 - S_2}{S_1 + S_2} = \frac{\Delta S}{\overline{S}}$. Контраст между двумя точками на изображении может различаться вследствие различия во взаимодействии электронов зонда с материалом мишени.

Контраст, определяемый атомным составом мишени. Рассмотрим, например, формирование контраста на образце, имеющем области, различающиеся по атомному составу. Ранее отмечалось, что коэффициент отражения электронов η зависит от атомного номера и растет с ростом последнего. Поэтому на экране монитора РЭМ области, содержащие элементы с высоким атомным номером, будут иметь более светлый контраст по сравнению с более легкими элементами. Таким образом можно проводить качественный анализ атомного состава поверхности, используя полированные и даже не травленные образцы. Следует подчеркнуть, что коэффициент истинно вторичной эмиссии слабо зависит от атомного номера и, следовательно, во вторичных электронах такой контраст наблюдаться не будет.

Топографический контраст. Наибольшее применение методы РЭМ получили для изучения топографии поверхности. Этот тип контраста возникает за счёт влияния рельефа поверхности на отраженные, и вторичные электроны и имеет большое сходство с изображением, формируемым в световом микроскопе, и поэтому интерпретация его во многом аналогична описанию контраста в оптическом микроскопе. Выше отмечалось, что коэффициент вторичной эмиссии существенно зависит от ориентации образца по отношению к падающему пучку, причем с ростом угла падения растет и коэффициент вторичной эмиссии. С другой стороны, в рассеянии электронов присутствует ориентационный эффект - наибольшее число отраженных электронов лежит в плоскости падения и направлено в сторону движения первичных электронов (угол падения приблизительно равен углу отражения). Следует подчеркнуть, что при формировании топографического контраста в отраженных электронах преимущественную роль играет ориентационный эффект, в то время как контраст во вторичных электронах обусловлен в основном зависимостью $\eta(\theta)$. Интерпретация изображений рельефа поверхности, получаемых с помощью РЭМ, относительно проста и может быть основана на обычных приемах, используемых при анализе оптических микрофотографий. Однако качество изображений, получаемых с помощью РЭМ, всегда выше, чем на оптических

фотографиях, так как в РЭМ значительно выше глубина резкости. Так при увеличении *×500* глубина фокуса может достигать *~0.5 мм,* что в тысячи раз больше, чем в оптическом микроскопе. Этот факт является очень важной отличительной особенностью растрового микроскопа.

Контраст каналирования электронов. Как уже отмечалось выше количество покинувших мишень электронов (отраженных и вторичных) быстро уменьшается с увеличением глубины на которой произошел последний перед выходом электрона акт взаимодействия. С другой стороны известно, что электроны при определенных углах падения могут захватываться каналами, которые образуются системами кристаллографических плоскостей. Для простоты рассуждений будем рассматривать только системы кристаллографических плоскостей перпендикулярные поверхности кристалла. Понятно, что угол входа электронов определяется отклонением пучка от оси прибора и в процессе сканирования изменяется. Из теории дифракции известно, что для электронов падающих на кристалл под точным Брегговским углом для данной системы плоскостей происходит резкое увеличение глубины проникновения электронов в материал мишени (эффект Бормана). Поэтому в этой точке поверхности кристалла происходит резкое уменьшение выхода электронов, что соответствует уменьшению её контраста на изображении. Следовательно, если электронный зонд в процессе сканирования проходит угловой интервал от $\theta<\theta_B$ через $\theta=\theta_B$ до $\theta>\theta_B$, на экране монитора в месте соответствующем условию $\theta=\theta_B$ возникнет узкая темная полоса параллельная данной системе кристаллографических плоскостей. При малых увеличениях прибора (*10÷20×*) максимальный угол отклонения пучка от оптической оси при сканировании составляет приблизительно *±10°*. Если величина брегговского угла для какого-то семейства плоскостей лежит в этом интервале углов, возникнет контраст каналирования в виде полосы отображающей это семейство плоскостей. В случае когда это условие удовлетворяется для нескольких семейств плоскостей, на экране монитора формируется изображение пересекающихся полос, каждая из которых связана со своим определенным семейством кристаллографических плоскостей. Этот контраст получил название контраста каналирования [5-11,21]. Обычно он используется для определения пространственной ориентировки кристалла или отдельных его участков.

Магнитный контраст. Так как на траектории движения электронов влияют магнитные поля, имеющиеся в образце или вблизи его поверхности, растровая микроскопия позволяет исследовать распределение магнитных полей на поверхности магнитных материалов. Все магнитные материалы можно условно разделить на две группы: одноосные кристаллы, у которых магнитные поля доменов замыкаются внешними полями вблизи образца; и кристаллы более высокой магнитной симметрии с очень малыми внешними полями благодаря присутствию в приповерхностном слое специальных замыкающих доменов. Из электродинамики хорошо известно, что на электрон, движущийся в магнитном поле, действует сила Лоренца

$$\boldsymbol{F} = -e \cdot \left[\boldsymbol{v} \times \boldsymbol{B}\right], \qquad (5.25)$$

где $\boldsymbol{B}$ - магнитная индукция; $\boldsymbol{v}$ - скорость электрона; e - заряд электрона. Различают магнитный контраст *1-ого* и *2-ого* рода. Контраст, возникающий из-за перераспределения вторичных низкоэнергетических электронов во внешнем магнитном поле над поверхностью образца, получил в литературе название

магнитного кантраста первого рода. *Магнитный контраст второго* рода образуется в результате взаимодействия первичных электронов с магнитным полем внутри образца, когда под действием силы Лоренца происходит отклонение электронов, причем в соседних *180-градусных* доменах - в противоположную сторону. Соответствующим наклоном образца можно так изменить путь электронов, что возникнет асимметрия контраста в соседних доменах.

Потенциальный (вольтовый) контраст. Совершенно очевидно, что аналогичные эффекты должны возникать и под действием неоднородностей электростатических полей на поверхности образца. Следует однако отметить, что заметный эффект возможен только для низкоэнергетических электронов с энергией порядка нескольких десятков *эв.* Механизм такого контраста связан с изменением числа вторичных электронов, попадающих в детектор из различных точек образца за счет изменения их траекторий под действием распределенного потенциала на поверхности. Этот тип контраста особенно эффективно используется для наблюдения интегральных схем разной степени сложности в процессе их работы, и позволяет наблюдать за изменениями потенциального рельефа, происходящими при разнообразных переключениях в схеме.

5.4.2. МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ВИДЕОСИГНАЛА В РЭМ

Как показывают специальные исследования, человеческий глаз может воспринимать примерно 12 градаций яркости (*уровней серого*) в шкале почернений (*0÷1*) от абсолютно белого до абсолютно черного. Это составляет примерно *5%* всей динамической широты фотоматериала. В то же время, как уже отмечалось ранее, величина тока вторичной эмиссии мала и для управления яркостью монитора требуется значительное усиление видеосигнала. Причём даже после необходимого усиления полезная информация (переменная составляющая сигнала) может быть не видна на экране, так как она может содержаться в интервале изменений, значительно меньшем 5% от полного диапазона сигнала. В этих случаях возникает необходимость такого преобразования видеосигнала, при котором полезная информация будет видна на экране монитора. Так как в РЭМ сигналы, идущие от каждой точки объекта разделены во времени, эта задача может быть легко решена радиотехническими средствами. По существу задача сводится к преобразованию функции изображения *f(x,y)* (картинки) при помощи некоторого оператора ***G*** таким образом, чтобы переменная, составляющая сигнала, стала доступна наблюдению. Для этой цели разработано несколько приемов [5-11,22].

Обращение контраста. Иногда при анализе сложных изображений бывает удобно изменить знак контраста на обратный. Это легко достигается вычитанием видеосигнала из некоторой постоянной составляющей $f'(x,y) = A - f(x,y)$. В современных растровых микроскопах обычно имеется такой режим работы.

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

$$f'(x,y) = K \cdot \left[f(x,y) - a \right]. \qquad (5.26)$$

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.

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 *x*.

***Y*-модуляция.** Этот способ обработки видеоизображения 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 изображение поверхности и усиливается (улучшается) 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.

Рассмотренные выше примеры обработки изображения показывают, сколь широки возможности получения и представления изображения в РЭМ по сравнению с традиционной оптической микроскопией. Естественно приведенные примеры не исчерпывают всего многообразия применяемых в настоящее время методов обработки видеоизображения.

5.5. РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

В 1949 году появилась публикация французского исследователя Р.Кастена, в которой сообщалось о новом приборе для определения атомного состава материалов - рентгеновском микроанализаторе. Идея такого прибора была высказана и запатентована двумя годами ранее в 1947 году Д.Хиллером, однако в последующей литературе создание рентгеновского микроанализа однозначно связано с именем Р.Кастена [23,24]. В разделе 5.3.2 были рассмотрены основные процессы, приводящие к образованию рентгеновского отклика образца на воздействие микрозонда. Испускаемый мишенью рентгеновский спектр практически однозначно связан с атомным составом образца и позволяет достаточно точно определить содержание входящих в него элементов. Можно сказать, что рентгеновский спектр - это своеобразные "отпечатки пальцев", позволяющие при помощи определённой процедуры проводить идентификацию образцов, нужно только определить положения и интенсивности всех линий рентгеновского спектра.

5.5.1. МЕТОДЫ РЕГИСТРАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО СПЕКТРА

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 [16,17,25,26].

Метод кристалл-дифракционного спектрометра. Измерение положения линий и их интенсивностей основано на законе Брэгга

$$\lambda = 2d \cdot \sin\theta, \qquad (5.27)$$

где λ - длина волны; d - межплоскостное расстояние кристалла-анализатора; θ - брегговский угол. Упрощенная блок-схема кристалл-дифракционного спектрометра показана на рис.5.11.

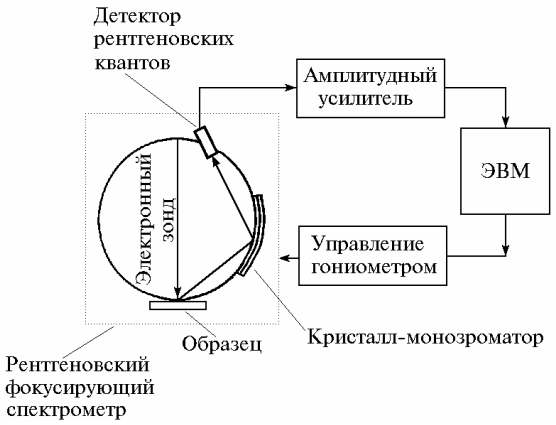


Рис.5.11. Блк-схема микро-анализатора с кристалл-дифракционным спектрометром.

Как уже отмечалось выше, ток микрозонда достаточно мал, следовательно, и сигнал рентгеновского излучения также мал, поэтому для сбора и анализа наибольшего числа квантов приходится применять геометрию

спектрометра с фокусировкой. На рис.5.12 показаны три варианта рентгеновского спектрометра. Как видно из рис.5.12а, спектрометр с плоским кристаллом не обеспечивает сбора всех лучей, испускаемых образцом, и поэтому эта геометрия не может обеспечить высокой светосилы. Это затруднение преодолевается использованием фокусирующих спектрометров. Для этого кристалл-анализатор, образец-источник рентгеновского излучения и детектор должны располагаться на круге фокусировки (круге Роуланда), имеющем радиус *R,* причем кристалл-анализатор должен быть изогнут так, чтобы отражающие плоскости имели радиус кривизны 2*R*, а его поверхность сошлифована до кривизны *R,* т.е. до полного совпадения с кругом фокусировки. Это обеспечивает для всех лучей, исходящих из точки на образце, одинаковый угол падения на кристалл-монохроматор и фокусировку в точку на круге фокусировки, где расположен детектор.

На рис.5.12б-в показаны схемы спектрометров с фокусировкой всех лучей, испущенных образцом. Различают два варианта спектрометров - упрощенная схема с изогнутым кристаллом (схема Иоганна - рис.5.12б), в которой кристалл изогнут, но его поверхность не совпадает с кругом Роуланда и, следовательно, имеет заметный астигматизм, и схема по Иогансону, обеспечивающая полную фокусировку (кристалл сошлифован и его поверхность точно совпадает с кругом Роуланда - рис.5.12в).

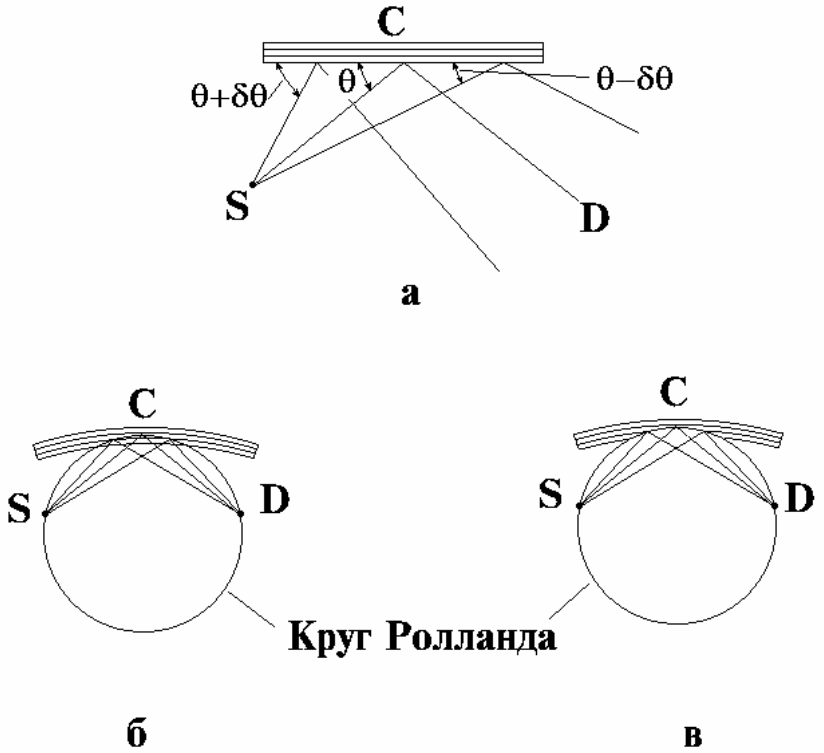


Рис.5.12. Три варианта схем рентгеновских спектрометров. а)-спектрометр с плоским кристаллом; б)-спектрометр с частичной фокусировкой по Иоганну; в)-спектрометр с полной фокусировкой по Иогансону.

Регистрация спектра для этих схем фокусировки осуществляется путем поворота круга фокусировки вокруг точки расположения образца и одновременного перемещения детектора по кругу фокусировки. Энергетическое разрешение, достигаемое на приборах этого класса, составляет обычно менее *10эв*.

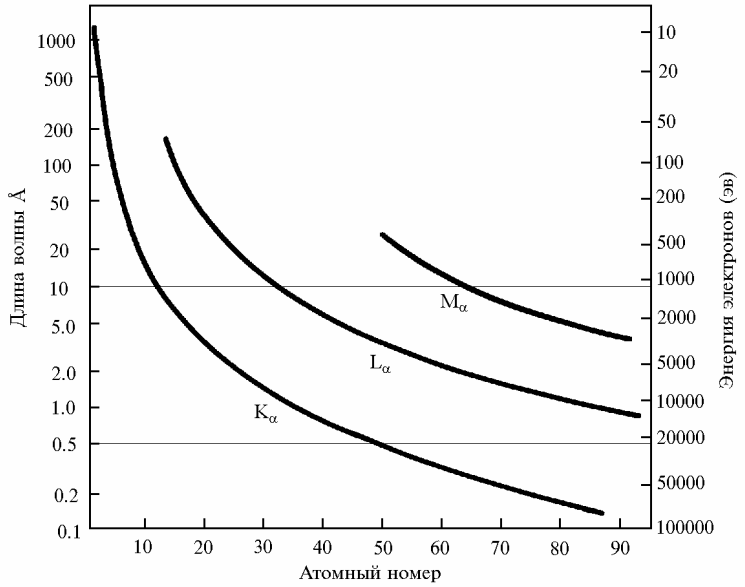


Рис.5.13. Зависимости длин волн серий K_α, L_α, M_α от атомного номера.

Спектр характеристического излучения, используемый в рентгеноспектральном анализе, ограничен областью *0.5÷10Å*. Это связано в первую очередь с соображениями удобства регистрации этого диапазона длин волн. Именно для этого диапазона разработаны детекторы, нашедшие наибольшее применение в практике. Для регистрации более длинноволнового излучения применяют специальные проточные пропорциональные детекторы. На рис.5.13 приведены зависимости длин волн для *K, L, M* - серий в зависимости от атомного номера элемента. Из рисунка становится понятно, что для идентификации легких элементов с атомными номерами до $Z \approx 40$ используются K_α серии линий, в то время как для более тяжелых элементов приходится использовать L_α серии.

Таблица 5.1.Сравнительные характеристики кристалл-монохроматорав

Кристаллы - монохроматоры	Межплоскостные расстояния $d(Å)$	Рабочая область длин волн $\Delta\lambda(Å)$
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*

В современных приборах для рентгеновского микроанализа обычно используется два или более спектрометров, имеющих кристаллы-монохроматоры с различными значениями межплоскостных расстояний. Это позволяет одновременно проводить анализ по нескольким элементам и дает возможность для оптимизации условий проведения анализа в различных диапазонах длин волн. Ниже в таблице 5.1 приведены основные характеристики некоторых рентгеновских кристаллов-монохроматоров, используемых в микрозондовом анализе.

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. На рис.5.14 приведена упрощенная блок-схема энергодисперсионного спектрометра.

Рентгеновские кванты, испускаемые мишенью под воздействием электронного зонда, через тонкое бериллиевое окно попадают на вход полупроводникового детектора. Практически каждый квант вызывает появление электрического импульса, амплитуда которого пропорциональна энергии кванта. Электрические импульсы усиливаются специальными малошумящими усилителями, сортируются многоканальным анализатором или ЭВМ по амплитудам, выдаются в графическом виде на экран монитора и одновременно регистрируются в памяти ЭВМ или многоканального амплитудного анализатора для дальнейшей обработки.

При взаимодействии с материалом детектора электрон будет расходовать свою энергию в основном на формирование полезного сигнала, однако часть энергии может расходоваться на различного рода неупругие взаимодействия, в результате чего будет наблюдаться разброс импульсов по амплитуде. Поэтому полуширина линии даже для моноэнергетических электронов будет сильно зависеть от таких шумовых потерь энергии. Для снижения уровня шумов полупроводниковых детекторов используют охлаждение детектора и входного предусилителя до температуры жидкого азота. Таким способом удается довести разрешение детекторов до величины *100-150эв*.

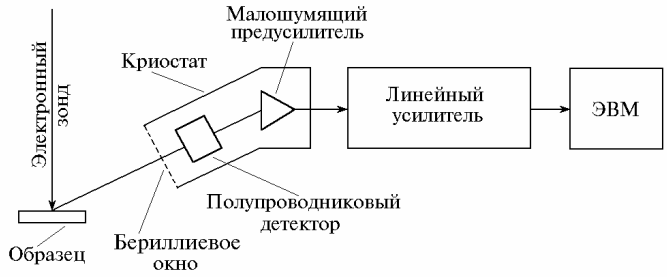


Рис.5.14. Блок-схема энерго-дисперсионного рентге-новского спектрометра. 1-берилиевое окно; 2-полупроводниковый детектор рентгеновских квантов; 3-малошумящий предусилитель; 4-криостат; 5-ЭВМ

Энергодисперсионные спектрометры имеют одно очень важное преимущество по сравнению с кристалл-дифракционными спектрометрами - они не требуют перемещений детектора в камере спектрометра, т.к. весь спектр регистрируется одновременно для всех длин волн.

И хотя разрешение энергодисперсионного спектрометра существенно уступает кристалл-дифракционному, простота кинематической конструкции и экспрессность метода регистрации ставят энергодисперсионный метод на первое место при решении большинства задач, особенно на предварительной стадии исследования, рентгеновского микроанализа. Поэтому в конструкции современных рентгеновских микроанализаторов обычно присутствуют оба типа спектрометров.

В таблице 5.2 приведены основные характеристики этих двух типов спектрометров.

Таблица 5.2. 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*

5.5.2. ПРИНЦИПЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

В основе количественного рентгеноспектрального микроанализа лежит предположение, высказанное Р.Кастеном [24] 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

$$C_A = \frac{I_A}{I_A^{\,E}}, \qquad (5.28)$$

где $I_A^{\,E}$ - интенсивность той же характеристической линии, получаемой от эталонного образца. Однако 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. Рассмотрим влияние факторов атомного номера, поглощения и усиления флуоресценции.

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. $\eta_A>\eta_B$. 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 (5.28) на атомный номер.

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 $\mu_A > \mu_B$. 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. Аналогичное явление возникает и под действием непрерывного рентгеновского излучения, генерируемого в образце электронами зонда. Поэтому в формулу для концентрации (5.28) необходимо ввести ещё две поправки k_F и k_C. Тогда выражение для концентрации определяемого элемента примет вид

$$C_A = k_Z \cdot k_A \cdot k_F \cdot k_C \cdot \frac{I_A^S}{I_A^E}. \qquad (5.29)$$

Такой способ определения концентрации элементов по измерениям интенсивностей характеристических линий на образце и на эталонах получил название метода трех поправок, или *ZAF*-метода. В настоящее время разработаны теория и многочисленные методы рассчета обсуждавшихся выше поправок, существуют специальные программы для обработки экспериментальных рентгеновских спектров на ЭВМ, позволяющие проводить полный анализ измеряемого спектра и определение концентрации входящих элементов, а также всех ошибок, возникающих при этом. Наиболее часто в практике рентгеновского микроанализа для обработки спектров используются такие программы, как MAGIC, COR2, FRAME. Это достаточно мощные программы, позволяющие с высокой степенью надежности получать данные об элементном составе образцов.

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*) [25,26].

5.6. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Рассмотренные выше основные принципы работы РЭМ показывают, что растровый электронный микроскоп это прибор предназначенный в первую очередь для исследования структуры поверхности. Выпускаемые в настоящее время приборы имеют увеличение от десятков до нескольких сотен тысяч раз. Как уже отмечалось растровые электронные микроскопы имеют в 10^3 раз большую величину глубины резкости по сравнению с оптическими приборами (например, при увеличении $500\times$ она составляет приблизительно *0.5мм*). Это обеспечивает значительно более высокое качество изображения при сравнимых увеличениях и позволяет успешно применять методику получения стереопар. Для этого один и тот же участок поверхности образца регистрируется при двух положениях отличающихся поворотом на несколько градусов. Иногда для этих целей применяют два или более детекторов. Получаемые при этом изображения позволяют воссоздать объёмную картину поверхности исследуемого образца.

Одним из существенных достоинств РЭМ является возможность, в целом ряде случаев, проводить исследования образцов практически без предварительной подготовки поверхности. В более сложных случаях структурные детали поверхности могут быть выявлены путем селективного химического травления приводящего к образованию рельефа поверхности. Следует подчеркнуть, что в тех случаях, когда контраст формируется за счет слабых источников (каналирование электронов, магнитный контраст, наведенный ток, катодолюминесценция) неровности поверхности, тонкий приповерхностный нарушенный слой, образовавшийся в результате механической шлифовки, дающие более сильный топографический контраст могут затруднить наблюдение слабого контраста. Поэтому в этих случаях необходимо удалить неровности поверхности и нарушенный слой и тем самым устранить конкурирующий источник контраста. Обычно для приготовления металлических образцов используют тонкую механическую полировку поверхности и электрополировку [27]. Такое сочетание часто дает оптимальные результаты.

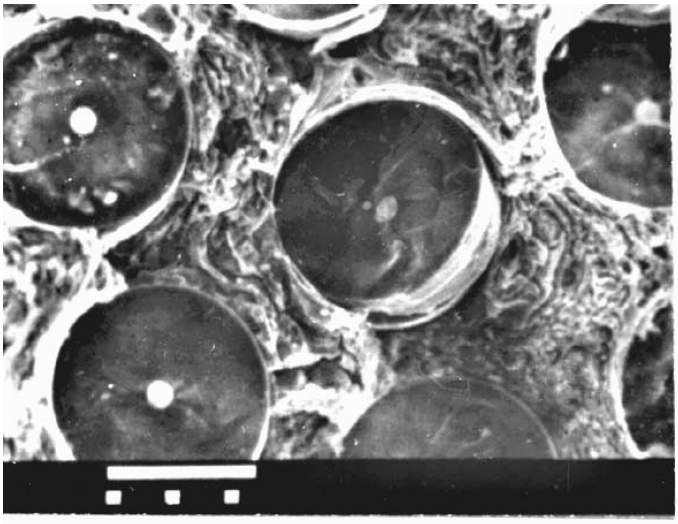
Важным условием для нормального наблюдения поверхности является её очистка от загрязнений (особенно органических), которые разрушаясь под воздействием электронов зонда, могут приводить к образованию тонкой диэлектрической пленки. Такая пленка будет заряжаться под электронным пучком и искажать изображение рельефа поверхности. Вообще проблема статического заряда поверхности в РЭМ имеет особое значение. В случае диэлектрических образцов накопление статического электричества может приводить к появлению заряженных островков затрудняющих выход вторичных электронов и нарушающих формирование изображения поверхности. Для устранения эффекта зарядки поверхности обычно используют несколько приемов: нанесение проводящего покрытия (пленки углерода, золота, алюминия) снимающего статический заряд, работа микроскопа при малых ускоряющих напряжениях, ограничение времени сканирования образца.

Толщина образцов для РЭМ не имеет определяющего значения. Образцы могут иметь размеры порядка нескольких десятков *мм*, и ограничиваются только конструктивными возможностями держателя.

Таким образом можно сказать, что широкий диапазон возможностей применения РЭМ в различных областях науки и в промышленных лабораториях обусловлен с одной стороны *многообразием механизмов образования контраста*, а с другой - *чрезвычайно большой глубиной резкости изображения и высоким пространственным разрешением*.

На начальных этапах РЭМ широко применялась в основном для исследования структуры поверхностей излома и специально приготовленных (избирательное химическое травление) поверхностей металлов и сплавов. На рис.5.15а в качестве примера показано SEM изображение структуры излома композиционного материала. 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.

Рис.5.15а. Структура излома поверхности композиционного материала на основе B-Al



сплавов.

На следующем рис.5.15б показана топография излома поверхности монокристалла сапфира. За счет большой глубины резкости снимок производит объемное впечатление и позволяет судить о размерах неровностей на поверхности.

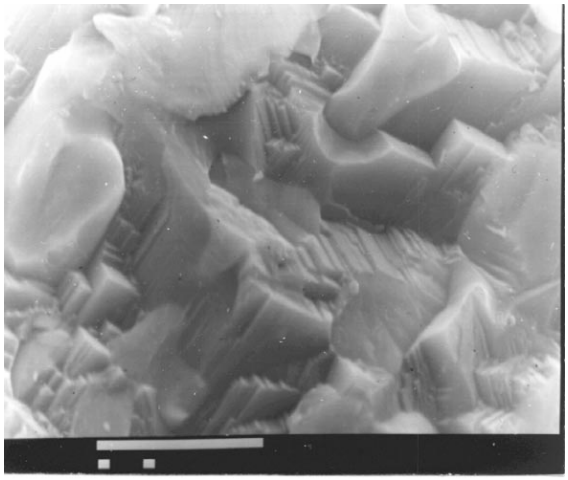


Рис.5.15б. Характерная структура поверхности излома. Монокристалл сапфира.

На рис.5.16 для иллюстрации объемности контраста связанной с большой глубиной резкости растрового микроскопа показано изображение кварцевых сфер покрытых по специальной технологии оболочкой сплава *Au-Pd* [14]. 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.

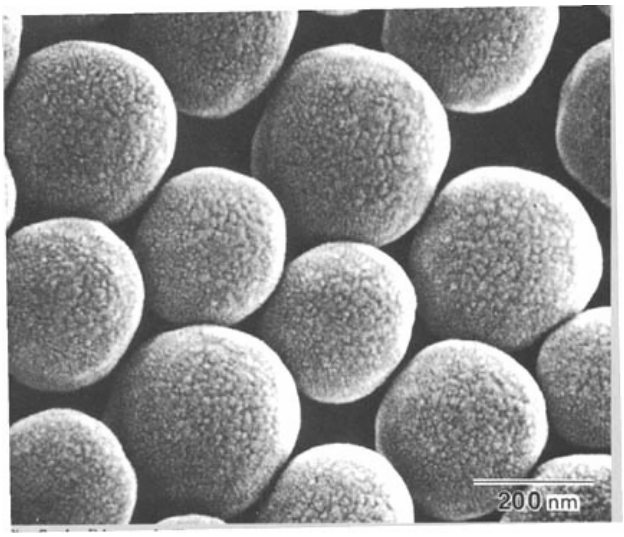


Рис.5.16. Сферические частицы кварца покрытые по специальной технологии сплавом Au-Pd. Увеличение ×100.000 [14].

Растровая микроскопия оказалась чрезвычайно полезным инструменом исследования эволюции морфологии различных сплавов в процессе термообработки. На рис.5.17 показано SEM изображение повехности шлифа эвтетического сплава *22%Al-Zn* в режиме вторичных электронов [28,29]. На снимке представлена типичная картина образующаяся после *900 часов* отжига

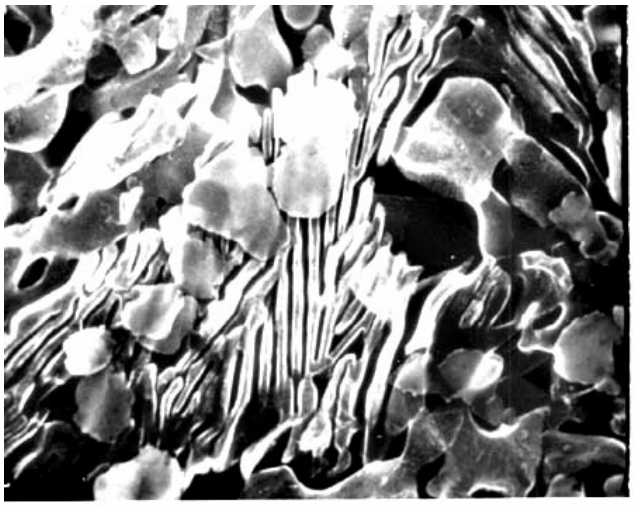


Рис.5.17. SEM изображение поверхности эвтектоидного сплава 22%Al-Zn после 920 часов отжига. Наблюдаются чередующиеся пласты α и β фаз разделенных когерентными границами [29].

Методами РЭМ были выполнены интересные исследования структуры эвтетических композиций на основе Al_2O_3-$ZrO_2(Y_2O_3)$ полученных методом направленной кристаллизации [30,31]. 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 *1-2μm*. На рис.5.18 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.

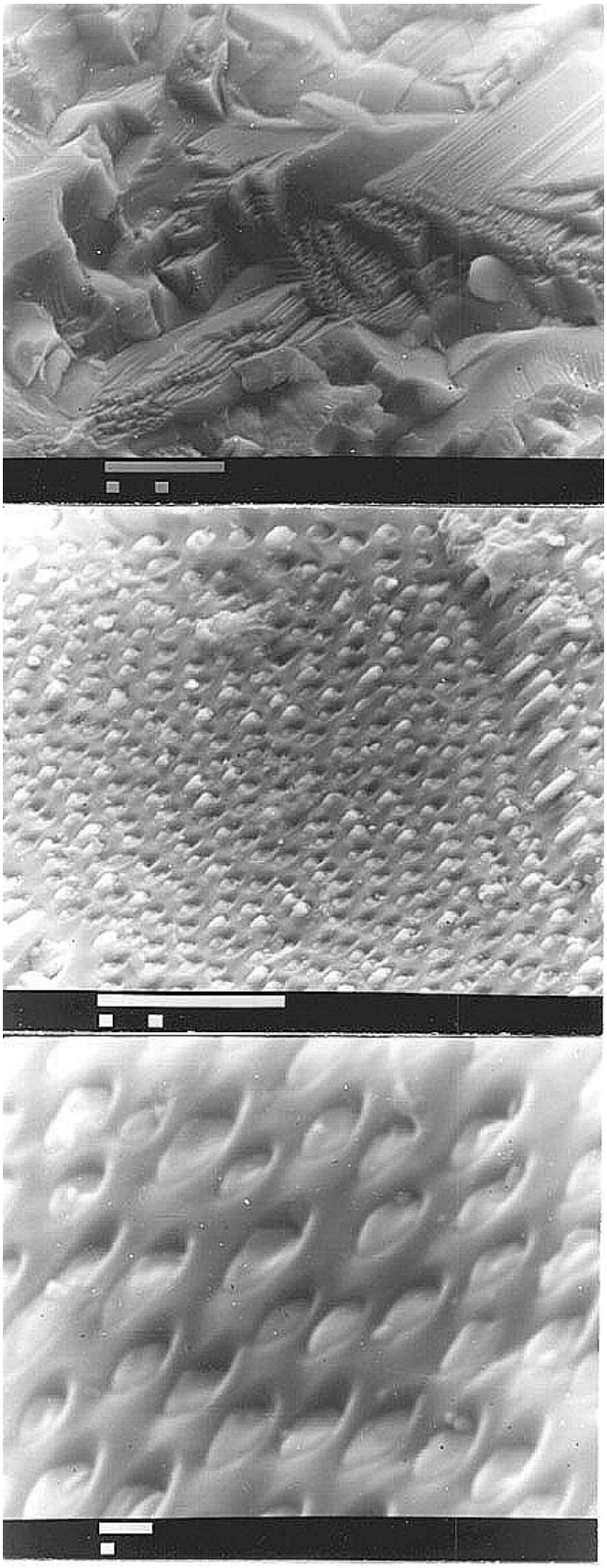


Рис.5.18. Фрагменты РЭМ изображений поверхностей излома эвтектического композита на основе Al_2O_3-$ZrO_2(Y_2O_3)$ [31].

На рис.5.19 показана типичная лабиринтная доменная структура с большой нормальной компонентой намагниченности на поверхности монокристалла *Ni*. Это магнитный контраст второго рода получен во вторичных электронах.

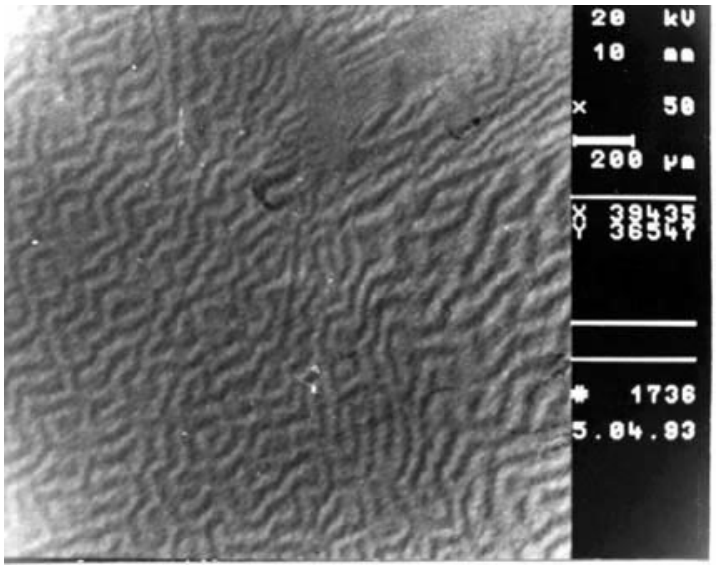


Рис.5.19. Лабиринтная магнитная доменная структура на поверхности никеля. Ускоряющее напряжение 20kV.

На рис.5.20 показана слоистая структура ниобата лития ($LiNiO_3$). 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.

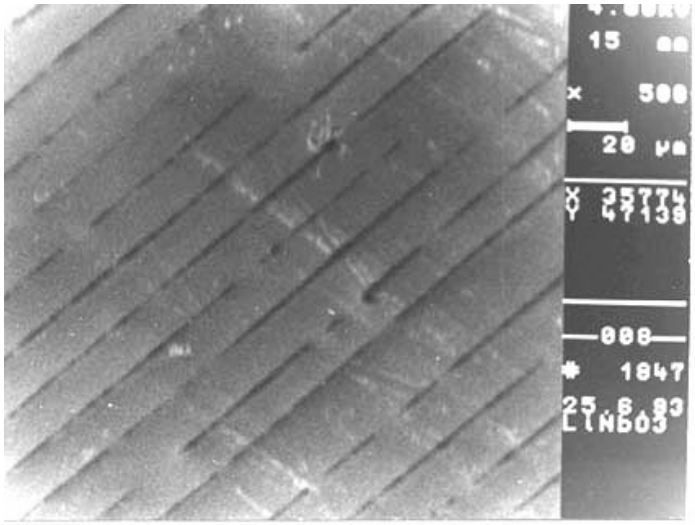


Рис.5.20. SEM изображение поверхности слоистого монокристалла $LiNiO_3$.

На рис.5.21 приведены типичные примеры картин каналирования полученные с двух ориентированных поверхностей *(100)* и *(111)* монокристалла кремния. На фотографиях хорошо видна симметрия среза. Картины каналирования позволяют быстро и надежно определять кристаллографическую ориентацию исследуемой поверхности.

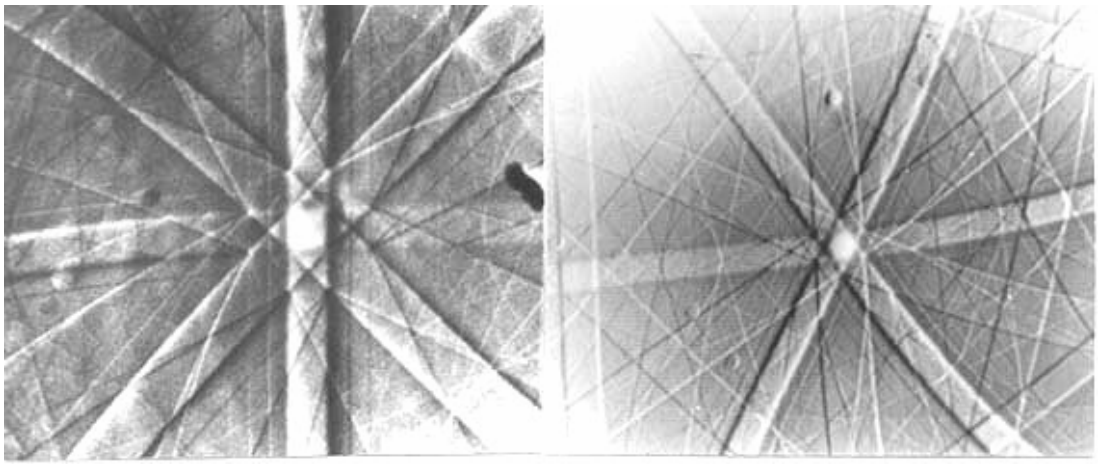


Рис.5.21 Картины каналирования полученные с поверхности (111) - а) и (100) - б) монокристалла кремния.

На рис.5.22 показано SEM изображение (светлопольное и в режиме *Y-модуляции*) перфорированной углеродной пленки [6]. 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.

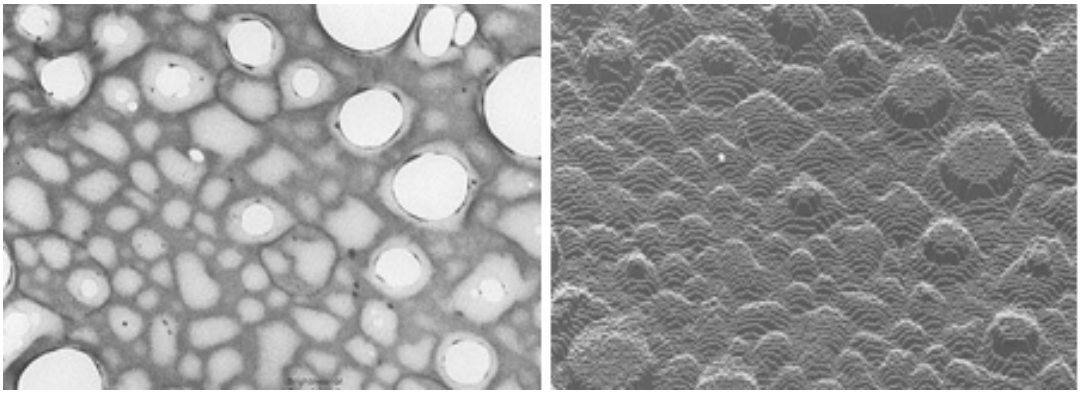


Рис.5.22. SEM изображение перфорированной углеродной пленки -а); тот же объект - в режиме Y-модуляции -б) [6].

Интересные возможности открываются при использовании методов РЭМ для исследования электрических свойств ВТСП материалов. В работах [32,33] использована методика визуализации областей с различными T_c сверхпроводящей пленки $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, позволившая наблюдать динамику зарождения и пространственного распределения сверхпроводящих областей при изменении температуры вблизи фазового перехода. Методика основана на сильной зависимости удельного сопротивления сверхпроводника от температуры в области перехода в сверхпроводящее состояние. Модулированный по интенсивности с частотой ω электронный пучек 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 $\rho(T)$ и вызывает нагрев на ΔT. Тогда сигнал поглощенного тока будет пропорционален $d\rho/dT$ и на экране

монитора будет представлено распределение $d\rho/dT$ по поверхности пленки. Если исходная температура пленки T была близка к температуре перехода, то изменяя частоту модуляции электронного зонда ω (т.е. степень нагрева) можно наблюдать пространственное распределение и динамику перехода различных участков пленки в сверхпроводящее состояние.

На рис.5.23 показана динамика изменений пространственного распределения $d\rho/dT$ при понижении температуры в пленке $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ на подложке из окиси циркония. Для уменьшения шунтирующего влияния массива пленки и улучшения отношения сигнал/шум на пленке сделаны разрезы так, чтобы ток протекал только через щель размером $50\mu m$. Образец помещался на охлаждаемый столик. Контраст наблюдался уже при температуре $T=90.3K$ в виде отдельных несвязных областей размером $5\text{-}15\mu m$. Дальнейшее понижение температуры приводит расширению сверхпроводящих областей и далее к исчезновению контраста.

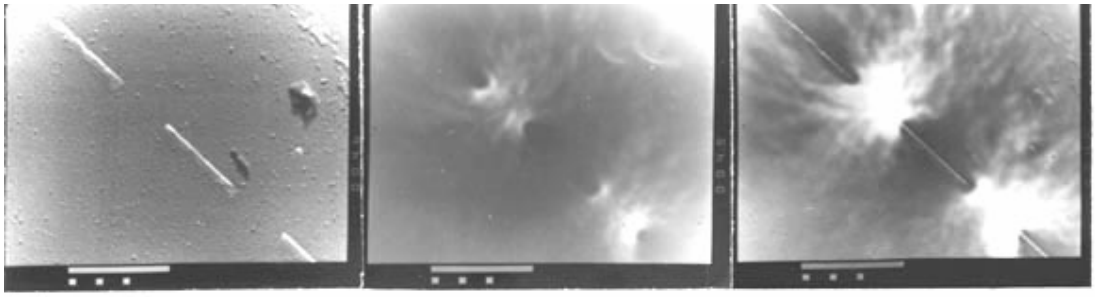


Рис.5.23. Динамика изменений пространственного распределения $d\rho/dT$ в пленке $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при понижении температуры (длина метки $100\mu m$) а)-изображение пленки во вторичных электронах; б)-контраст поглощенного тока, $T=90.3K$; в)-$T=89.7K$ [32].

5.7. ЛИТЕРАТУРА

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. I.M.Watt
The Principles and Practice of Electron Microscopy
Cambridge University Press,Cambridge,1985

7. Tools and Techniques in Physical Metallurgy
Edited by F.Weinberg
New York,1970,v.1,2

8. C.E.Hall
Introduction to Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1966)

9. J.W.S.Hearle, J.T.Sparrow, P.M.Cross
The Use of the Scanning Electron Microscope,
Oxford: Pergamon Press, (1972)

10. O.C.Wells, A.Boydde, E.Lifshin, A.Rezanowich
Scanning Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1974)

11. Electron Beam Testing Technology
Editing by T.L.Thong,
New York: Plenum Press, (1993)

12. Л.Н.Добрецов, М.В.Гомоюнова
Эмиссия электронов
Москва: Физ.-мат.-лит.,1966

13. И.М.Бронштейн, Б.С.Фрайман
Вторичная электронная эмиссия
Москва: Наука,1969

14. A.Ono, K.Ueno, J.Ohyama
Point to Ponder for Observation of Fine Surface Structure,
Jeol News,24E,3,40-44,1986

15. A.Mogami
Ultimate Spatial Resolution In Scanning Auger Electron Microprobe
Jeol News,24E,3,45-48,1986

16. A.Guinier
Theoric et Technique de la Radiocrystallographie
Paris: Dunod,1956

17. A.H.Compton, S.K.Allison
X-ray in Theory and Experimental
London,1935

18. R.Shimizu, T.Ikuta, T.E.Everhart, W.J.Devore
Experimental and Theoretical Study of Energy Dissipation Profiles of kev Electrons in Polymethylmethacrylate
J.Appl.Phys.46,4,1581-1584,1975

19. K.Murata, T.Matsukawa, R.Shimizu
Monte Carlo Calculations on Electron Scattering in Solid Target
Jap.J.Appl.Phys.,10,678-686,(1971)

20. R.Shimizu, K.Murata
Monte Carlo Calculations of the Electron-Sample Interactions in the Scanning Electron Microscope
J.Appl.Phys.42,1,387-394,1971

21. D.C.Joy, D.E.Newbury, D.L.Davidson
Electron Channeling Patters in the Scanning Electron Microscope,
J Appl.Phys.,53,R81-R122,1982

22. 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

23. R.Castaing
"Application des Sondes Electroniques a Une Methode D'analyse Ponctuelle Chimique at Crystallgraphique"
University of Paris, Unpublished Ph.D.thesis, (1951)

24. R.Castaing, G.Slodzian
Microanalyse Par Emission Secondaire
J.Micros.,Paris,(1962),1,395-410

25. L.S.Birks
Electron Probe Microanalysis,
New York: Wiley-Interscience, (1971)

26. C.A.Andersen
Microprobe Analysis,
New York: Willey-Interscience, (1973)

27. M.Locquin, MLangeon
Handbook of Microscopy,
London: Butterworths & Co Ltd,1983

28. О.Н.Сеньков, М.М.Мышляев
Стабильность микроструктуры в сплаве Zn-Al эвтектоидного состава
Proc.IVSymposium on Metallography, 1986
Vysoke Tatry,Czechoslovakia,pp.67-71

29.O.N.Senkov, M.M.Myshlyev
Grain Growth in a Superplastic Zn-22%Al Alloy
Acta Met.,1986,34,1,97-106

30. V.A.Borodin, M.Yu.Starostin, T.N.Yalovets
Structure and Related Mechanical Properties of Shaped Eutectic Al_2O_3-ZrO_2(Y_2O_3) Composites
J.Cryst.Growth (1990),104,148-153

31. V.A.Borodin, A.G.Reznikov, M.Yu.Starostin, T.A.Steriopolo, V.A.Tatarchenko, L.I.Chernyshova, T.N.Yalovets
Growth of Al_2O_3-ZrO_2(Y_2O_3) Eutectic Composite by Stepanov Thechnique
J.Cryst.Growth (1987),82,177-181

32. В.Л.Гуртовой, А.В.Черных, А.Б.Ермолаев
Визуализация областей пленок $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ с раздичными T_c в растровом электронном микроскопе
Сверхпроводимость: физика,химия,техника,1990,3,1,45-48

33. V.L.Gurtovoi, A.B.Ermolaev, A.V.Chernykh, V.A.Goncharov
Weak-link Investigation of a YBaCuO Thin Film DC SQUID by SEM
Supercond.Sci.Technol.,(1993),6,809-813

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренные выше методы исследования структурного совершенства кристаллов, направленные на получение качественных и количественных характеристик дефектов в кристаллах, составляют лишь незначительную часть используемого сейчас арсенала экспериментальных средств. Естественно возникает вопрос, насколько могут перекрываться возможности и области применения рассмотренных выше методов. Поэтому имеет смысл еще раз кратко остановиться на этом вопросе.

Большинство известных в настоящее время методов исследования реальной структуры кристаллов в той или иной мере основаны на анализе эффектов взаимодействия зондирующего излучения с кристаллической решеткой. Рассмотренные выше методы исследования дефектов кристаллической структуры относятся к двум группам методов. Во-первых, это так называемые интегральные методы, основанные на изучении интегральной отражающей способности кристаллов, искаженных наличием дефектов. Во-вторых, это методы прямого наблюдения изображений дефектов и анализа параметров дифракционного изображения с целью получения количественных характеристик наблюдаемых дефектов, т.е. микроскопические методы (оптическая, электронная и рентгеновская дифракционная микроскопия).

Благодаря значительным успехам дифракционной теории, достигнутым в последние годы, из анализа толщинных зависимостей интегральной отражающей способности удается получать количественные характеристики структурного совершенства кристаллов. Эти методы оказываются эффективными в случаях однородного распределения дефектов или однородных протяженных деформационных полей. Причем плотность дефектов должна быть достаточной для заметного в эксперименте изменения статического фактора Дебая-Валлера. Например, для дислокаций величина плотности должна быть порядка 10^2 или больше. Таким образом, интегральные методы позволяют определить основные структурные характеристики дефектов - их тип и плотность распределения в кристаллической решетке. Здесь следует подчеркнуть, что эти методы не дают возможности непосредственно наблюдать расположение дефектов в кристалле.

Методы непосредственного наблюдения дефектов в отличии от интегральных методов позволяют видеть изображения дефектов в объеме кристалла. Однако, в большинстве случаев изображения дефектов имеют сложную дифракционную природу, и для определения типа дефекта и его характеристик требуется сложный анализ дифракционного изображения.

Рентгеновская дифракционная топография, как правило, имеет дело с кристаллами, в которых плотность дефектов не превышает величину $10^3 \div 10^4$ на квадратный сантиметр. Это связано с тем, что увеличение в методах рентгеновской топографии практически равно единице, а ширина дифракционного изображения, а следовательно и разрешение, например, для дислокаций, составляет величину порядка нескольких микрон. Поэтому при большей величине плотности дислокаций их изображения начинают перекрываться и следовательно теряется возможность исследовать характеристики отдельных дефектов. С другой стороны именно отсутствие заметного увеличения в методах рентгеновской топографии имеет определенное преимущество по сравнению с другими микроскопическими методами. Оно

состоит в возможности получения обзорных картин распределения дефектов по значительной площади кристалла. Так современные топографические камеры позволяют получать топограммы с кристаллов, имеющих диаметр до *150мм*.

В методах электронной микроскопии углы дифракции составляют всего несколько градусов, дифракционная ширина изображения дефектов значительно меньше, чем для дифракции рентгеновских лучей и следовательно пространственное разрешение значительно выше. Так для методов TEM разрешение составляет несколько ангстрем, а для методов HREM -*1.2÷1.4Å*. Поэтому методы электронной микроскопии позволяют исследовать кристаллы с плотностью дефектов на несколько порядков большей, чем для методов рентгеновской топографии. В этом плане они безусловно дополняют друг друга. Кроме этого методы ЭМ позволяют исследовать значительно более мелкие дефекты, например, скопления точечных дефектов, дислокационные петли и пр. Методы электронной микроскопии высокого разрешения обычно используются для получения более детальных сведений о структуре дефектов на атомном уровне.

В этом ряду методы сканирующей электронной микроскопии занимают особое место. Во-первых, эти методы не являются дифракционными, хотя и относятся к микроскопическим методам. Во-вторых, в отличии от перечисленных выше они предназначены в основном для исследования тонкого приповерхностного слоя. Разрешение SEM составляет *100÷1000Å* в зависимости от типа используемого вторичного сигнала. Поэтому по величине разрешения эти методы занимают промежуточное место между методами рентгеновской топографии и методами просвечивающей электронной микроскопии. Область применения методов SEM чрезвычайно широка - исследование топографии поверхности, приповерхностных структурных дефектов, электрически активных дефектов, электрических и магнитных доменов, определение атомного состава поверхности и пр.

Завершая эту небольшую книгу следует отметить, что рассматриваемая область экспериментальной техники очень интенсивно развивается. Во-первых, бурно развивается теория рассеяния рентгеновских лучей, электронов, нейтронов реальными кристаллами, что видно по нарастающему числу публикаций в этой области физики твердого тела. Имеются значительные успехи в области анализа дифракционного изображения дефектов и его обработки на ЭВМ с целью очистки от шумов. На основе достижений теории дифракции последних лет появились рентгеновские микроскопы с Френелевскими фокусирующими элементами (зонные пластинки Френеля). Эти микроскопы в сочетании с мощными синхротронными источниками излучения могут дать новые интересные результаты о локальных дефектах и протяженных искажениях кристаллической решетки, например, в изучении точечных дефектов, кластеров и их взаимодействии с упругими деформациями решетки. Наконец, в последние годы появился целый класс новых высокоразрешающих микроскопов, основанных на совершенно иных принципах. Я имею в виду туннельные и атомно-силовые микроскопы. Эти приборы только начинают использоваться в физике твердого тела и несомненно обещают много интересного в изучении физики поверхности, ее структуры и дефектов.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Некоторые важные соотношения векторного анализа

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Формулы ЭЙЛЕРА

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

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

$$(1+\alpha)^2 \approx 1 + 2\alpha \text{ если } \alpha \square\ 1$$

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

$$\left.\begin{aligned} &a_1, ..a_2 = a_1 \cdot q^1, ..a_3 = a_1 \cdot q^2, ... \\ &a_n = a_1 \cdot q^{n-1} \\ &если..q \le 1..q - знаменатель..прогресии \\ &S_n = a_1 + a_2 + a_3 + ... + a_n = \frac{a_1\left(1 - q^n\right)}{1 - q} \end{aligned}\right\} \text{геометрическая прогрессия}$$

<u>ВАЖНЫЕ СООТНОШЕНИЯ ФУРЬЕ-АНАЛИЗА</u>

<u>Дельта функция (функция Дирака)</u>

$$\delta(x-a) = \begin{cases} 0 \cdot если \cdot x \ne a \\ \infty \cdot если \cdot x = a \end{cases} \qquad \int_{-\infty}^{+\infty} \delta(x) dx = 1 \qquad \delta(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} e^{2\pi ixy} dy$$

<u>Функция Хевисайда (единична ступенчатая функция)</u>

$$\sigma(x-a) = \begin{cases} 0 & x < a \\ 1 & x \ge a \end{cases} \qquad \frac{d}{dx}\sigma(x-a) = \delta(x-a)$$

$$\int e^{ax}dx = \frac{1}{a}e^{ax}$$

$f(x)*g(x)=\int_{-\infty}^{+\infty} f(X)\cdot g(X-x)dX$	
$f(x)*\delta(x)=f(x)$	
$f(x)*\delta(x-a)=f(x-a)$	
$f(x)$	$\mathbb{F}\{f(x)\}=F(u)=\int_{-\infty}^{+\infty} f(x)\cdot e^{2\pi iux}dx$
$f(x)=\mathbb{F}^{-1}\left[\mathbb{F}\{f(x)\}\right]=\int_{-\infty}^{+\infty} F(u)\cdot e^{-2\pi iux}dx$	
$f(-x)$	$F(-u)$
$f^*(x)$	$F^*(-u)$
$f(ax)$	$\frac{1}{a}F(u/a)$
$f(x)+g(x)$	$F(u)+G(u)$
$f(x)\cdot g(x)$	$\mathbb{F}\{f(x)\}*\mathbb{F}\{g(x)\}$
$f(x-a)$	$e^{2\pi iau}F(u)$
$\frac{d}{dx}f(x)$	$(-2\pi iu)\cdot F(u)$
$\frac{d^n}{dx^n}f(x)$	$(-2\pi iu)^n\cdot F(u)$
$\delta(x)$	1
$\delta(x-a)$	$e^{2\pi iau}$
$e^{-a^2x^2}$	$\frac{\sqrt{\pi}}{a}\cdot e^{-\frac{\pi^2u^2}{a^2}}$
$f(x)=\begin{cases}0 & \lvert x\rvert < a/2\\ 1 & \lvert x\rvert \geq a/2\end{cases}$	$\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$
$f(x)=\sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2}\delta(x-na)$	$\frac{\sin(\pi Nau)}{\sin(\pi au)}$

Дифракция на щели

$$f(x)=\begin{cases}0 & |x|<a/2\\ 1 & |x|\geq a/2\end{cases}\qquad F(u)=\int_{-\infty}^{+\infty} f(x)\cdot e^{2\pi iux}dx=\int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi iux}dx=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

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

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

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

$$G(u)=\mathbb{F}\left\{\frac{d}{dx}f(x)\right\}=-2\pi iu\cdot F(u)\qquad F(u)=\frac{2i\sin(\pi au)}{2\pi iu}=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

Дифракционная решетка

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

$$F(u)=\sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2}e^{2\pi iuna}=e^{-\pi iua(N-1)}\cdot\sum_{0}^{N}e^{2\pi iuan}=$$

$$=e^{-\pi iua(N-1)}\cdot\frac{e^{2\pi iuaN}-1}{e^{2\pi iua}-1}=\frac{e^{-\pi iuaN}}{e^{-\pi iua}}\cdot\frac{e^{2\pi iuaN}-1}{e^{2\pi iua}-1}=$$

$$=\frac{e^{\pi iuaN}-e^{-\pi iuaN}}{e^{\pi iua}-e^{-\pi iua}}=\frac{\sin(\pi auN)}{\sin(\pi au)}$$

Некоторые часто встречающиеся мировые константы

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**
N_A=6,0247 10^{23} $моль^{-1}$	**Число Авагадро**

1Å=10^{-10}м=10^{-7}мм=10^{-4}мкм
1мкм=10^{-4}см=10^{-3}мм=10^{4}Å

Длина волны электронов ускоренных до энергии E(kV) без учета релятивистких поправок

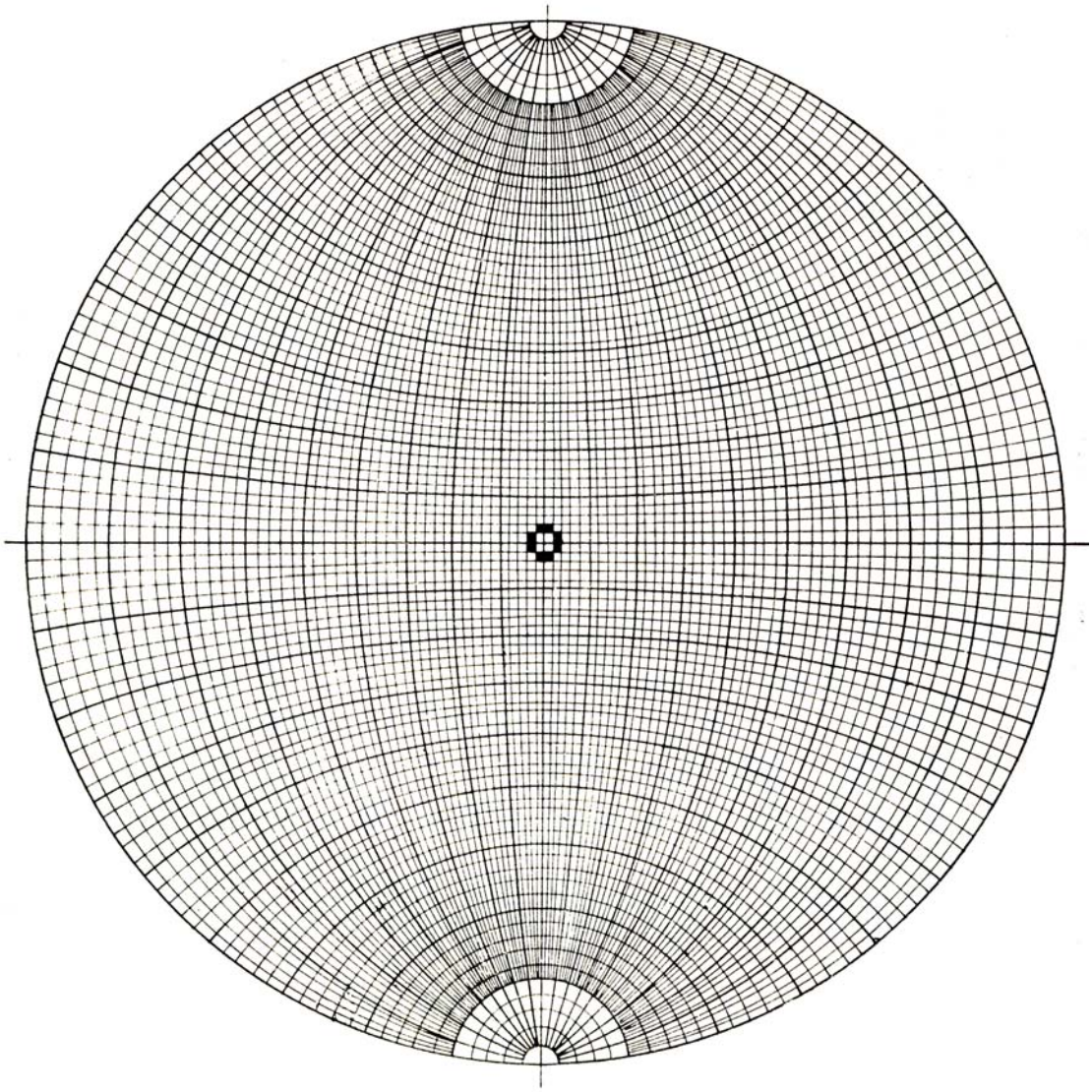
$$\lambda = \frac{h}{mv} = \frac{h}{\sqrt{2meE}}$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1+\frac{eE}{2mc^2}\right)}} = \frac{12,26}{\sqrt{E\cdot\left(1+0,9788\cdot 10^{-6}E\right)}}\left(\overset{\circ}{A}\right)$$

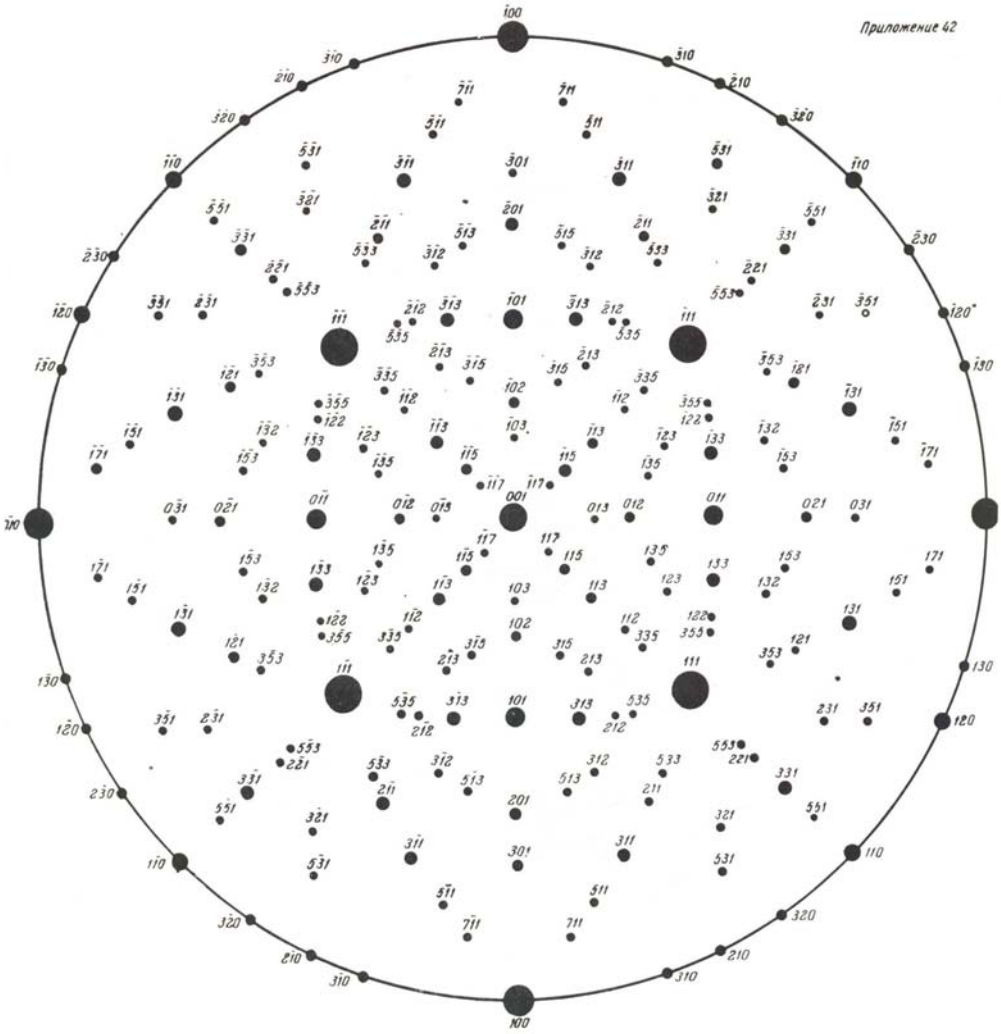
E(kV)	λ_e (Å)
1	0,3876
10	0,1220
100	0,037
400	0,016

ПРИЛОЖЕНИЕ

СТЕРЕОГРАФИЧЕСКИЕ ПРОЕКЦИИ



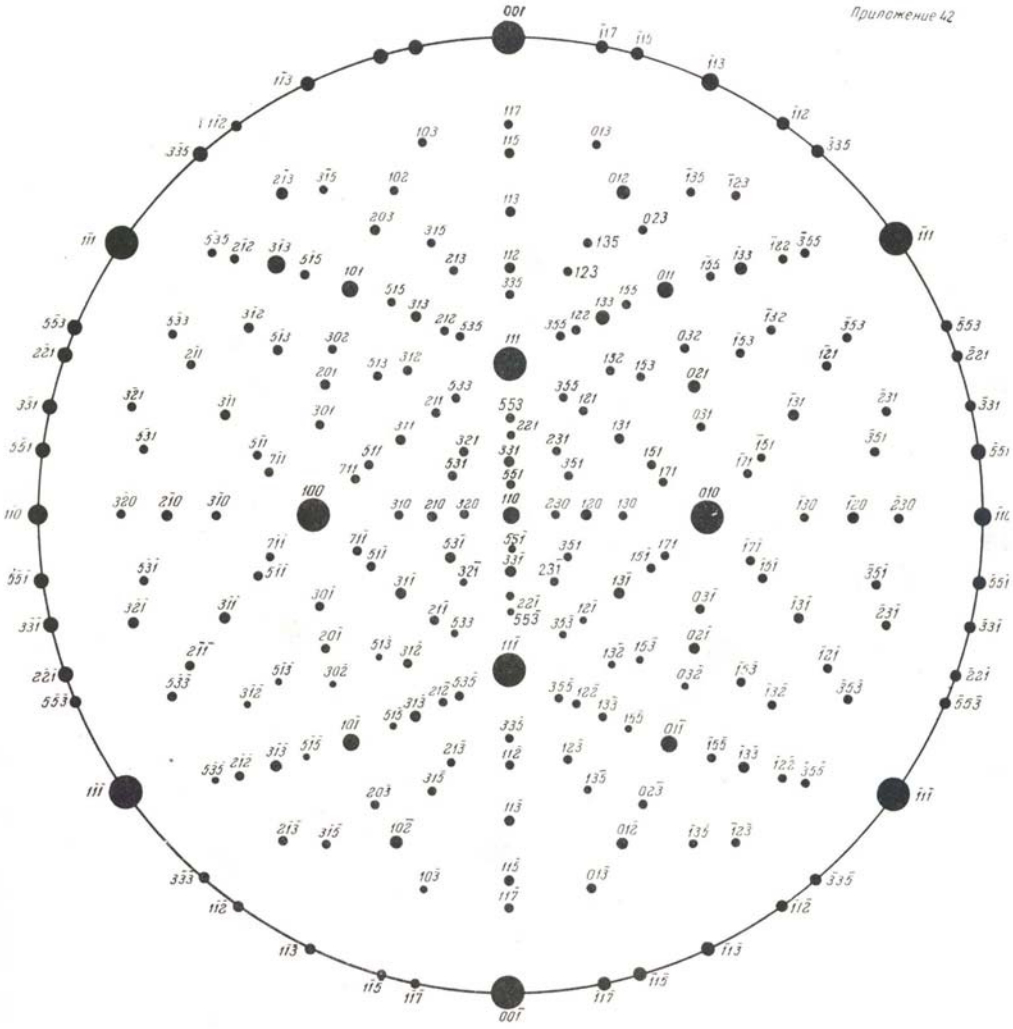
Приложение 42



а

Стандартные сетки для кубической системы:
а — ось проекции [001]; *б* — [110]; *в* — [111]; *г* — [112], *д* — [130]; *е* — [113]

Приложение 42



б

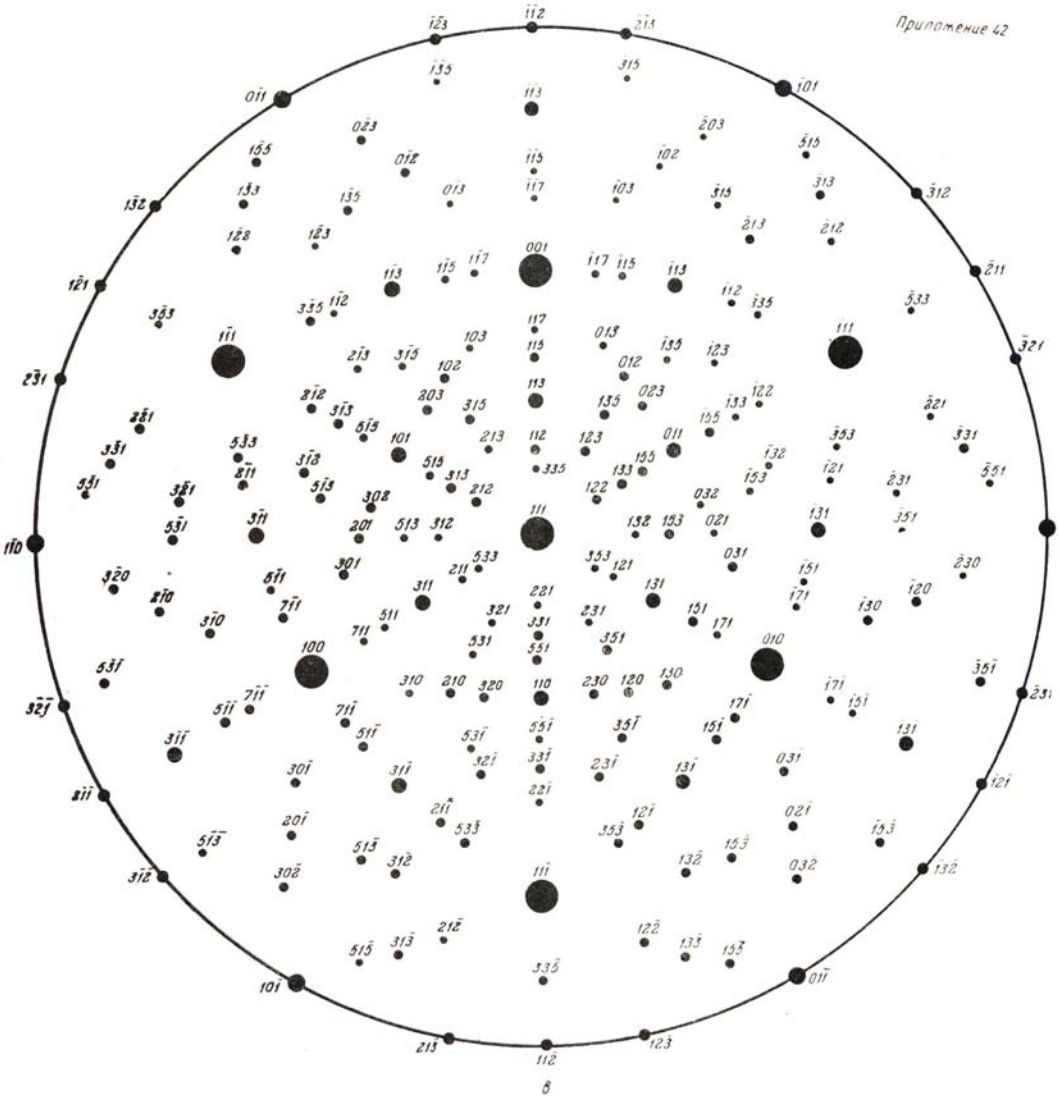

Приложение 42
6

ТАБЛИЦА
Установочных брегговских углов для германия a=5,657Å

hkl	CuK_α λ=1,5405Å		MoK_α λ=0,7093Å		AgK_α λ=0,5594Å	
	θ	2θ	θ	2θ	θ	2θ
111	13,6	27,2	6,2	12,4	4,9	9,8
220	22,6	45,2	10,2	20,4	8,0	16,0
400	32,9	65,8	14,5	29,0	11,4	22,8
422	41,7	83,5	17,5	35,0	14,0	28,0
333	44,9	89,8	18,6	37,2	14,9	29,8
440	50,2	100,4	20,7	41,4	16,2	32,4
444	70,3	140,6	25,7	51,4	20,0	40,0

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

hkl	CuK_α λ=1,5405Å			MoK_α λ=0,7093Å			AgK_α λ=0,5594Å		
	θ	2θ	$\Lambda_\sigma / \Lambda_\pi$ мкм	θ	2θ	$\Lambda_\sigma / \Lambda_\pi$ мкм	θ	2θ	$\Lambda_\sigma / \Lambda_\pi$ мкм
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

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

УГЛЫ МЕЖДУ ПЛОСКОСТЯМИ КРИСТАЛЛА КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ

$\{h_1k_1l_1\}$	$\{h_2k_2l_2\}$	Угол между плоскостями $\{h_1k_1l_1\}$ и $\{h_2k_2l_2\}$ в кубическом кристалле					
100	100	0°	90°				
	110	45°	90°				
	111	54°44′					
	210	26°34′	63°26′	90°	—	—	—
	211	35°16′	65°54′				
	221	48°11′	70°32′				
	311	25°14′	72°27′				
110	110	0°	60°	90°			
	111	35°16′	90°				
	210	18°26′	50°46′	71°34′			
	211	30°1′	54°44′	73°13′	90°	—	—
	221	19°28′	45°	76°22′	90°		
	311	31°29′	64°47′	90°			
111	111	0°	70°32′				
	210	39°14′	75°2′				
	211	19°28′	61°52′	90°	—	—	—
	221	15°48′	54°44′	78°54′			
	311	29°30′	58°30′	79°58′			

$\{h_1k_1l_1\}$	$\{h_2k_2l_2\}$	Угол между плоскостями $\{h_1k_1l_1\}$ и $\{h_2k_2l_2\}$ в кубическом кристалле					
210	210	0°	36°52′	53°8′	66°25′	78°28′	90°
	211	24°6′	43°5′	56°47′	79°29′	90°	90°
	221	26°34′	41°49′	53°24′	63°26′	72°39′	
	311	19°17′	47°36′	66°8′	82°15′		
211	211	0°	33°33′	48°11′	60°	70°32′	80°24′
	221	17°43′	35°16′	47°7′	65°54′	74°12′	82°12′
	311	19°8′	42°24′	60°30′	75°45′	90°	
221	221	0°	27°16′	38°57′	63°37′	83°37′	90°
311	311	0°	35°6′	50°29′	62°58′	84°47′	—

Продолжение приложения 2

Сингонии	Угол φ между плоскостями $h_1k_1l_1$ и $h_2k_2l_2$
Кубическая	$\cos\varphi = \dfrac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}\cdot\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$
Тетрагональная	$\cos\varphi = \dfrac{\dfrac{h_1h_2}{a^2} + \dfrac{k_1k_2}{a^2} + \dfrac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\dfrac{h_1^2}{a^2} + \dfrac{k_1^2}{a^2} + \dfrac{l_1^2}{c^2}}\cdot\sqrt{\dfrac{h_2^2}{a^2} + \dfrac{k_2^2}{a^2} + \dfrac{l_2^2}{c^2}}}$
Ромбическая	$\cos\varphi = \dfrac{\dfrac{h_1h_2}{a^2} + \dfrac{k_1k_2}{b^2} + \dfrac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\dfrac{h_1^2}{a^2} + \dfrac{k_1^2}{b^2} + \dfrac{l_1^2}{b^2}}\cdot\sqrt{\dfrac{h_2^2}{a^2} + \dfrac{k_2^2}{b^2} + \dfrac{l_2^2}{c^2}}}$
Ромбоэдрическая	$\cos\varphi = \dfrac{(h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2)\sin^2\alpha + (k_1l_2 + k_2l_1 + l_1h_2 + l_2h_1 + h_1k_2 + h_2k_2)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)\sin^2\alpha + 2(h_1k_1 + h_1l_1 + k_1l_1)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}\times\sqrt{(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)\sin^2\alpha + 2(h_2k_2 + h_2l_2 + k_2l_2)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}}$
Гексагональная	$\cos\varphi = \dfrac{h_1h_2 + k_1k_2 + \dfrac{1}{2}(h_1k_2 + h_2k_1) + \dfrac{3}{4}\dfrac{a^2}{c^2}l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_2^2 + h_1k_1 + \dfrac{3}{4}\dfrac{a^2}{c^2}l_1^2}\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + h_2k_2 + \dfrac{3}{4}\dfrac{a^2}{c^2}l_2^2}}$
Моноклинная	$\cos\varphi = \dfrac{\dfrac{h_1h_2}{a^2} + \dfrac{k_1k_2\sin^2\beta}{b^2} + \dfrac{l_1l_2}{c^2} - \dfrac{(l_1h_2 + l_2h_1)\cos\beta}{ac}}{\sqrt{\dfrac{h_1^2}{a^2} + \dfrac{k_2^2\sin^2\beta}{b^2} + \dfrac{l_1^2}{c^2} - \dfrac{2h_1l_1\cos\beta}{ac}}\sqrt{\dfrac{h_2^2}{a^2} + \dfrac{k_2^2\sin^2\beta}{b^2} + \dfrac{l_2^2}{c^2} - \dfrac{2h_2l_2\cos\beta}{ac}}}$
Триклинная	$\cos\varphi = \dfrac{d_{h_1k_1l_1}\cdot d_{h_2k_2l_2}}{V^2}[s_{11}h_1h_2 + s_{22}k_1k_2 + s_{33}l_1l_2 + s_{23}(k_1l_2 + k_2l_1) + s_{13}(l_1h_2 + l_2h_1) + s_{12}(h_1k_2 + h_2k_1)]$

Примечание. $s_{11} = b^2c^2\sin^2\alpha$; $s_{12} = abc^2(\cos\alpha\cos\beta - \cos\gamma)$;
$s_{22} = a^2c^2\sin^2\beta$; $s_{23} = a^2bc(\cos\beta\cos\gamma - \cos\alpha)$;
$s_{33} = a^2b^2\sin^2\gamma$; $s_{13} = ab^2c(\cos\gamma\cos\alpha - \cos\beta)$.

ЗАДАЧИ И УПРАЖНЕНИЯ ПО КУРСУ
(с решениями)

№1 Какое предельное разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, 400kV если все ошибки за исключением дифракционной равны нулю. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6\times10^{-3}$ рад.

Решение

$$\Delta r_D = \frac{0.61}{\alpha}\lambda \qquad \lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}} = 12,26/\sqrt{10^5} = 0,039\text{Å}$$

$$\lambda = 12,26/\sqrt{4\square10^5} = 0,0193\text{Å}$$

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E\left(1+09788\square10^{-6}\square E\right)}}$$

$$0.61\cdot\frac{0.039}{6\cdot10^{-3}} = 3.965\,\mathring{A}$$

$$0.61\cdot\frac{0.019}{6\cdot10^{-3}} = 1.932\,\mathring{A}$$

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.

Решение

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}};$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1+eE/2mc^2\right)}}$$

$$\frac{12.26}{\sqrt{100000}} = 0.039$$

$$\frac{12.26}{\sqrt{10^5\cdot\left(1+0.9788\,10^{-6}\cdot10^5\right)}} = 0.037$$

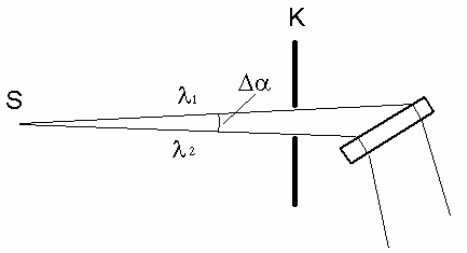
E - в вольтах, λ - в ангстремах

E (kV)	λ (Å)	$\lambda_{релятив}$ (Å)
E=100kV	λ=0.039Å	$\lambda_{релятив}$=0.037Å
E=400kV	λ=0,019Å	$\lambda_{релятив}$=0,016Å
У=600kV	λ=0,016Å	$\lambda_{релятив}$=0,0159Å

№3 Рассчитать необходимую ширину щели коллиматора для выделения Kα1 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

Решение



$$2d\sin\theta_1 = \lambda_1$$
$$2d\sin\theta_2 = \lambda_2$$
$$2d\cos\theta\,\delta\theta = \delta\lambda$$
$$\delta\theta = \frac{\delta\lambda}{\lambda}\,tg\theta$$
$$\Delta\alpha \approx \delta\theta = \theta_2 - \theta_1$$
$$\Delta = \Delta\alpha\, D$$
$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\cos\theta} = \frac{0.711\sqrt{2}}{5.4306\sqrt{1-\left(0.711\sqrt{2}/5.4306\right)^2}} = 0.188$$
$$\Delta = \frac{(0.71354 - 0.709926)}{0.711}\,0.188\,450 = 0.509\,mm$$

№4 Определить экстинкционную длину для отражения (220) кремния для излучения MoKα1 и CuKα1 . Фурье-компанента поляризуемости для этого случая для MoKα $\chi_{(220)}$=(2.04+i0.017)10^{-6}. Фурье-компанента поляризуемости для этого случая для CuKα $\chi_{(220)}$=(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

Решение

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta\mathbf{K}|} = \frac{\lambda\cos\theta}{c\sqrt{\chi_H\chi_{\bar{H}}}}$$
$$2d\sin\theta = \lambda$$
$$\sin\theta = \frac{\lambda}{2d},$$
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}$$

$$\cos\theta = \sqrt{1-\sin^2\theta} = \sqrt{1-\frac{\lambda^2}{4d^2}} = \sqrt{1-\frac{\lambda^2\left(h^2+k^2+l^2\right)}{4a^2}}$$

Для MoKα

$$\cos\theta = \sqrt{1-\frac{0.711^2\,8}{4\,5.4306}} = 0.902$$
$$\Lambda = 0.711\frac{0.902}{2.04\,10^{-6}} = 3.144\,10^5\,\text{E} = 3.144\,10^{-5}\,м = 31{,}44\,мкм$$

Для CuKα

$$\cos\theta = \sqrt{1-\frac{1.54^2\,8}{4\,5.4306}} = 0.355$$
$$\Lambda = 1.54\frac{0.355}{9.74\,10^{-6}} = 5.615\,10^3\,\text{E} = 5.615\,10^{-7}\,м = 0.5615\,мкм$$

№5 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 MoKα1 (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.

Решение

$$\cos\theta = \sqrt{1-\frac{0.711^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.902$$

$$\Lambda = 0.711\frac{0.902}{2.04 \cdot 10^{-6}} = 3.144 \cdot 10^5 \text{ E} = 3.144 \cdot 10^{-5}\, м = 31,44 мкм$$

$$n = \frac{t}{\Lambda} = \frac{450}{31.44} = 14.3$$

№6 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 - щелб L=450мм, используемое отражение (220), фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$.

Решение

$$\delta x_\Sigma = \delta x_g + \delta x_D + \delta f$$

$$\delta x_{\Delta\lambda} = l \cdot \delta\theta_D, \delta\theta_D = tg\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda} - спектральное.уширение$$

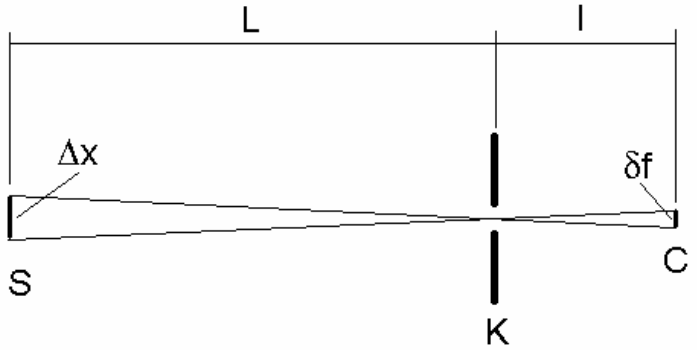
$$\delta x_D = \Lambda \cdot tg\theta, \Lambda = \frac{\lambda\cos\theta}{c\chi_H} - дифракционное.уширение$$

$$\delta f = \frac{l}{L} \cdot \Delta x - уширение.за.счет.фокального.пятна$$

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

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

$$tg\theta = \frac{\sin\theta}{\sqrt{1-\sin^2\theta}}$$



$$\frac{0.711\cdot\sqrt{2}}{5.4306}=0.185$$

$$\frac{0.185}{\sqrt{1-0.185^2}}=0.188$$

$$\frac{0.71354-0.70926}{0.711\cdot 2}=0.003$$

$$0.188\cdot 0.003=5.64\cdot 10^{-4}$$

$$5.64\cdot 10^{-4}\cdot 10=0.006$$

$$31.44\cdot 0.188=5.911$$

$$0.564+5.911=6.475$$

№7 Оценить толщину кристалла кремния при которой соотношение амплитуд нормальной и аномальной волн для симметричного отражения (220) на излучении MoKα будет составлять 1/10. Фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)}=(2.04+i0.017)10^{-6}$. Фурье-компанента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_0=(3.156+i0.0162)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния составляет, а=5,4306Å.

Решение

$$\mu_{1,2}=\frac{\mu_0}{\cos\theta}\cdot\left(1\pm c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}\right)$$

$$\mu_0=\frac{2\pi}{\lambda}\cdot\chi_{i0}$$

$$I_1=I_0\cdot\exp\left(-\mu_1 t\right)$$

$$I_2=I_0\cdot\exp\left(-\mu_2 t\right)$$

$$\ln\left(I_1/I_2\right)=\left(\mu_2-\mu_1\right)\cdot t$$

$$\mu_2-\mu_1=\frac{2\pi\chi_{i0}}{\lambda\cos\theta}\cdot\left(1+c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}-1+c\frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}\right)=$$

$$=\frac{4\pi c}{\lambda\cos\theta}\cdot\chi_{ih}$$

$$\frac{\ln(10)\cdot 0.711\cdot\sqrt{1-0.185^2}}{4\cdot\pi\cdot 0.017\cdot 10^{-6}}=7.531\cdot 10^6$$

в Å или $7{,}531\times10^{-4}$м=7.531×10^{2}мкм

№8 Какой контраст (экстинкционный или бормановский) будет наблюдаться на топограмме монокристалла кремния толщиной 900мкм на отражении (220) на излучении а)-MoKα1 $\chi_{oi}=0{,}0162$, б)-CuKα1 $\chi_{oi}=0{,}351$.

Решение

$$\mu_0=\frac{2\pi}{\lambda}\cdot\chi_{i0}$$

$$\frac{2\pi(0,0162)\cdot 10^{-6}}{0,711}\cdot 9\cdot 10^{7}=1,432\cdot 10^{-7}\cdot 9\cdot 10^{7}=12,888 MoK_{\alpha}$$

$$\frac{2\pi(0,351)\cdot 10^{-6}}{1,54}\cdot 9\cdot 10^{7}=1,432\cdot 10^{-6}\cdot 9\cdot 10^{7}=128,88 CuK_{\alpha}$$

№9 Рассчитать структурную амплитуду для гранецентрированной кубической решетки. Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.

Решение

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

$f_1=f_2=f_3=f_4=f$

$$F(hkl)=\sum_{j=0}^{N} f_j \exp 2\pi i\left(u_j h+v_j k+w_j l\right)$$

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

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

	четные	
если hkl одновремнно		$F=4f$
	нечетные	

если hkl	смешанные	$F=0$

№10 Рассчитать структурную амплитуду для объемоцентрированной кубической решетки. Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.

Решение

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

$f_1=f_2=f$

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

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

если $h+k+l$	четное число	$F=2f$
если $h+k+l$	нечетное число	$F=0$

№11 Какое оптимальное 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.

Решение

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s$$

$$\Delta r_d = \frac{0.61}{\alpha}\lambda$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1+eE/2mc^2\right)}}$$

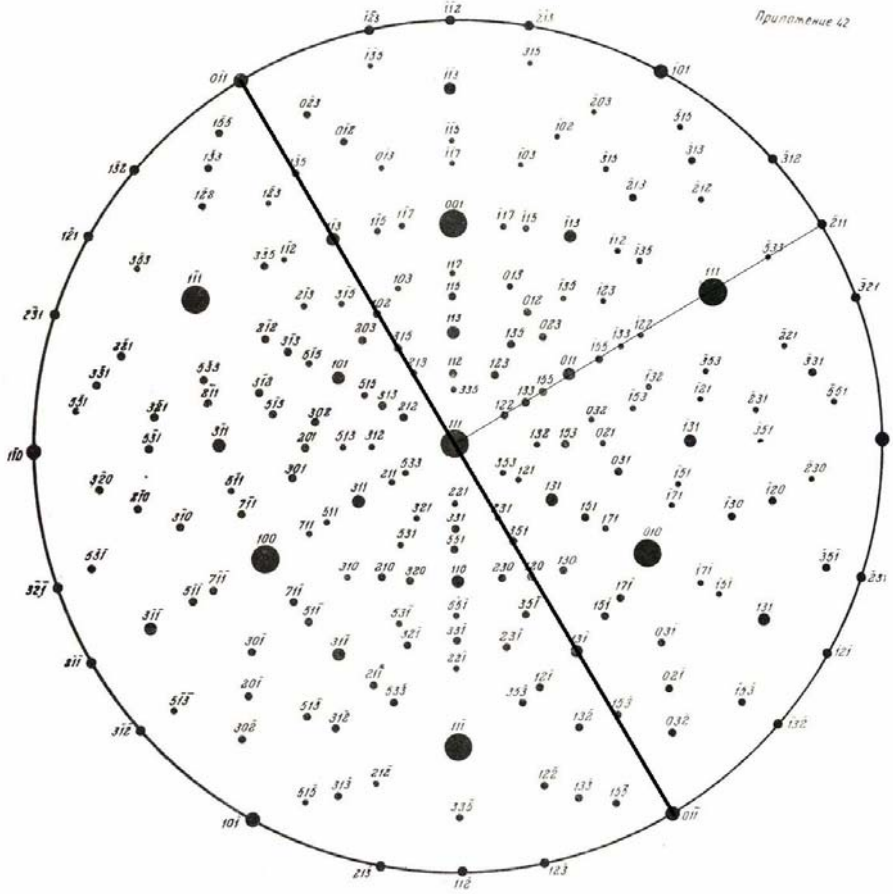
$$\Delta r_s = C_s \alpha^3$$

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s = \frac{0.61}{\alpha}\lambda + C_s \alpha^3 = \frac{0.61}{\alpha}\frac{h}{\sqrt{2meE\left(1+eE/2mc^2\right)}} + C_s \alpha^3$$

$$0,61\frac{0,039}{6\cdot 10^{-3}} + 1,7\cdot 10^6 \cdot \left(2\cdot 10^{-2}\right)^3 = 3,965 + 13,6\,\text{Å}$$

---

12. На рентгеновской топограмме кристалла с 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.



$$(\mathbf{gb}) = g_x b_x + g_y b_y + g_z b_z = 0$$

$$\mathbf{g} \to g_x = \bar{4}; g_y = 2; g_z = 2$$

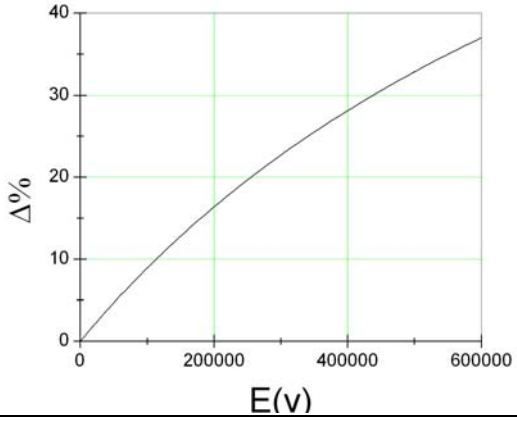
$$\mathbf{b} \to b_x = 0; b_y = \bar{1}; b_z = 1$$

---

13. Определить величину ускоряющего напряжения, начиная с которого разница длин волн с учетом и без учета релятивистской поправки будет составлять 15 процентов.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \qquad \lambda_{rel} = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1+{eE}/{2mc^2}\right)}} \qquad \lambda_{rel} = \frac{12,26}{\sqrt{E\left(1+0,9788\cdot 10^{-6}E\right)}}$$

$$\Delta = \frac{\lambda-\lambda_{rel}}{\lambda}\cdot 100 = \left(1-\frac{1}{1+0,978\cdot 10^{-6}\cdot E}\right)\cdot 100$$



14. На щель шириной a падает плоская волна. Рассчитать распределение излучения за этой щелью. (Дифракция на узкой щели).

Решение

$$f(x) = \begin{cases} 0 & |x| < a/2 \\ 1 & |x| \geq a/2 \end{cases} \qquad F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x)\cdot e^{2\pi iux}dx = \int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi iux}dx = \frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

Вспоминая, что $\int e^{ax}dx = \frac{1}{a}e^{ax}$ и обозначая $a = 2\pi iu$ можно записать

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

$$\frac{1}{2\pi iu}\cdot\left[\cos(\pi ua) + i\sin(\pi ua) - \cos(\pi ua) + i\sin(\pi ua)\right] =$$

$$= \frac{1}{2\pi iu}\cdot\left[2i\sin(\pi ua)\right] = \frac{\sin(\pi ua)}{(\pi u)}$$

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

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

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

$$G(u)=\mathbb{F}\left\{\frac{d}{dx}f(x)\right\}=-2\pi iu\cdot F(u) \qquad F(u)=\frac{2i\sin(\pi au)}{2\pi iu}=\frac{\sin(\pi au)}{\pi u}$$

---

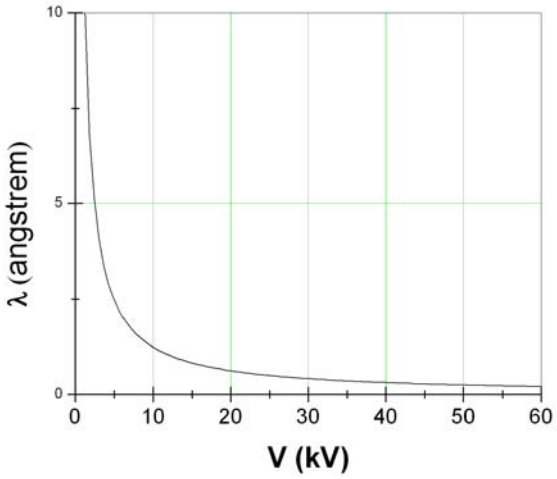
15. Определить коротковолновую границу тормозного спектра рентгеновского излучения для ускоряющего напряжения 20kV, 40kV, 60kV.

Решение

$h\nu_{\max}=\frac{hc}{\lambda_{\min}}=eV \quad \lambda_{\min}=\frac{12394}{V}$ V (в вольтах)

λ (в ангстремах)

V=20000v	λ=0,620Å
V=40000v	λ=0,309Å
V=60000	λ=0,206Å



16. Рассчитать структурную амплитуду, структурный фактор и определить законы погасаний для решетки алмаза. Координаты базиса [[000,1/4,1/4,1/4]].

Решение

$$F(hkl)=f\left[1+\exp\left(\frac{i\pi(h+k+l)}{2}\right)\right]\cdot\left[1+\exp(i\pi(h+k))+\exp(i\pi(h+l))+\exp(i\pi(k+l))\right]$$

т.е.

$$F(hkl)=fF_1F_2$$

Если *hkl* – числа разной четности, то F2=0. Если *hkl* – числа одинаковой четности, то F2=4. Тогда для *h*+*k*+*l*=4n $|F|^2=64f^2$; для *h*+*k*+*l*=2n+1 $|F|^2=32f^2$; для *h*+*k*+*l*=4n+2 $|F|^2=0$; Погасания наблюдаются для *hkl* разной четности и при *h*+*k*+*l*=4n+2.

---

17. 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, ρ_{Ni}=8,9*10^3 кг/м^3.

Решение

В области длин волн λ=1,5Å в никеле наблюдается резкий скачек коэффициента поглощения. В связи с этим $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\alpha} = 45,9$ и $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\beta} = 275$. Используя значение ρ_{Ni} определяем μ для CuKα и CuKβ излучений. Из закона поглощения $I = I_0 e^{-\mu d}$ найдем $\frac{I}{I_0} = e^{-\mu d}$. Подставив значения μ и d получим $\left(\frac{I}{I_0}\right)_{CuK_\alpha} = 0,42$; $\left(\frac{I}{I_0}\right) = 0,0058$.

---

18. Длина волны K-серии меди $\lambda_{K\alpha}$=1,540Å. Определить длину волны K-серии молибдена, если z_{Cu}=29, z_{Mo}=42.

Решение

Запишем закон Мозли $\sqrt{\nu} = c(z-\sigma)$ или в виде $\lambda = \frac{B}{(z-\sigma)^2}$ здесь C, B и σ константы, причем $\sigma \approx 1$. Тогда приближенно можно записать

$$\frac{\lambda_{MoK\alpha}}{\lambda_{CuK\alpha}} \approx \frac{(z_{CuK\alpha}-1)}{(z_{MoK\alpha}-1)} \text{ или } \lambda_{MoK\alpha} \approx \lambda_{CuK\alpha} \cdot \frac{(z_{CuK\alpha}-1)}{(z_{MoK\alpha}-1)}$$

---

19. Определить число атомов в элементарной ячейке железа кристаллизующегося в кубической системе; ребро куба, a=2,87Å, атомный вес железа 55,84; плотность ρ=7,8

Решение

Применяя формулу плотности к элементарной ячейке находим

$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H} = \frac{7,8 \cdot (2,87)^3 \cdot 10^{-24}}{55,84 \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}} \approx 2$ т.е. на элементарную ячейку приходится 2 атома.

A – атомный вес

m_H – масса атома водорода

---

20. Показать, что вектор обратной решетки H_{hkl} перпендикулярен плоскости прямой решетки с индексами (hkl).

Решение (см. приложение 1).

---

21. Показать, что модуль вектора обратной решетки равен обратной величине межплоскостного расстояния для плоскосей с индексами (hkl) т.е. $|\mathbf{H}| = \frac{1}{d}$.

Решение (см. приложение 1).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Основные положения кинематического приближения теории рассеяния. Интерференционная функция Лауэ и ее физический смысл.

2. Обратная решетка. Основные свойства обратной решетки. Связь прямой и обратной решеток.

3. Геометрическая интерпретация условий дифракции. Сфера Эвальда. Сфера ограничения.

4. Сложная решетка с базисом. Структурная амплитуда и структурный фактор.

5. Рассеяние в неупорядоченных системах, какую информацию о системе можно получить, анализируя такие спектры. Функция распределения межатомных расстояний.

6. Рассеяние рентгеновских лучей на свободных электронах. Поляризационный множитель. Доля рентгеновского излучения, рассеиваемая в пространство одним электроном.

7 Атомный фактор рассеяния. Особенности рассеяния электронов и нейтронов. Какую информацию можно получать используя различные типы излучений.

8. Влияние температуры на интенсивность рассеяния. Фактор Дебая-Валлера.

9. Основные положения динамического приближения теории рассеяния. Волновое поле в идеальном кристалле. Дисперсионное соотношение.

10. Двухволновое приближение в совершенном кристалле. Дисперсионная поверхность. Важнейшие следствия динамической теории рассеяния.

11. Волнового поля в кристалле с искажениями. Уравнение Такаги-Топена. Моделирование на ЭВМ дифракционного изображения дефектов.

12. Основные понятия интегральных методов исследования реальной структуры кристаллов. Исследования диффузного рассеяния. Информация, получаемая из анализа диффузного рассеяния. Метод интегральных характеристик.

13. Двухкристальный спектрометр. Схемы спектрометров n-n и n+n. В чем состоит их принципиальное различие.

14. Рентгеновская дифракционная микроскопия. Основные методы рентгеновской топографии. Метод Ланга. Основные характеристики методов. Разрешение.

15. Классификация типов контраста. Примеры применения топографических методов.

16. Рентгеновская дифракционная микроскопия. Чувствительность к искажениям, разрешение. «Комбинированное искажение» и его физический смысл. Простейшие методы анализа изображения (метод погасания контраста **gb**=0). Примеры применения топографических методов.

17. Основные характеристики оптических систем (разрешение, увеличение, глубина резкости, аберрации). Типы контраста (амплитудный и фазовый контраст).

18. Формирование изображения в оптической системе- подход Аббе. Микроскоп как дифракционный прибор. Передаточная функция. Учет искажений при передаче изображения.

19. Физические основы метода фазового микроскопа. Что такое четвертьволновая пластинка и для чего она используется. Фазовотемнопольный микроскоп.

20. “Тонкий” фазовый объект в электронной микроскопии. Анализ аберраций в электронном микроскопе. Анализ передаточной функции электронного микроскопа.

21. Оптимизация передаточной функции электронного микроскопа для получения наилучшего разрешения. Дефокусировка. Метод Шерцера.

22. Основные закономерности взаимодействия электронов зонда с веществом. Упругие и неупругие взаимодействия. Потери энергии электронов. Область взаимодействия электронов зонда с веществом мишени.

23. Устройство и принцип работы РЭМ. Формирование электронного зонда, кроссовер, конденсор. Детекторы сигналов в РЭМ. Детектор Эверхарта-Торнли.

24. Рентгеновский спектр, непрерывная и характеристическая компоненты спектра. Физический смысл коротковолновой границы спектра (Граница Дуана-Ханта). Закон Мозли.

25. Рентгеновский спектр. Методы регистрации рентгеновского спектра. Рентгеновские кристалл-дифракционные спектрометры для микроанализа. Методы фокусировки рентгеновского пучка.

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

27. Формирование контраста в РЭМ. Основные механизмы образования изображения в РЭМ. Методы обработки видеосигнала в РЭМ.

28. Принципы электронно-зондового микроанализа. Закон Мозли. Методы анализа рентгеновского спектра (спектрометры). Два типа рентгеновских микроанализаторов.

29. Факторы влияющие на точность рентгеновского микроанализа атомного состава материалов. Поправки вводимые при анализе. Метод эталонов.

30. Метод оптического дифрактометра для экспериментального исследования передаточной функции. Примеры использования методов электронной микроскопии высокого разрешения.