

05;07;12

Наблюдение аномального прохождения рентгеновских лучей в монокристаллах вольфрама

© И.К. Бдикин, С.И. Божко, В.Н. Семенов, И.А. Смирнова,
В.Г. Глебовский, С.Н. Ермолов, В.Ш. Шехтман

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка

Поступило в Редакцию 27 июля 1999 г.

Приведены результаты наблюдения аномального прохождения рентгеновских лучей в монокристаллах вольфрама. Из анализа характеристик динамической дифракции определена плотность дислокаций ($2-4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$).

Исследование эффектов формирования волнового поля рентгеновских лучей в кристалле (эффектов динамической теории рассеяния) является актуальной задачей и в настоящее время [1,2], хотя первые наблюдения аномального прохождения реализованы более 50 лет тому назад. Необходимая для этого высокая степень совершенства структуры достигнута лишь для ограниченного списка кристаллов — кремний, германий и родственные семейства; практически отсутствуют наблюдения динамических эффектов в металлах. Значительный интерес представляют исследования аномального прохождения в переходных металлах, и в частности в вольфраме, обладающем простой структурой и высоким значением коэффициента поглощения.

Выращивание совершенных монокристаллов тугоплавких металлов связано с трудностями из-за малой энергии возникновения дефектов и жестких требований к уровню температурных градиентов. Современные методы приготовления монокристаллов вольфрама позволяют получать образцы с плотностью дислокаций менее 10^5 см^{-2} , и они успешно реализованы в ИФТТ РАН. В данной работе получены экспериментальные результаты, свидетельствующие о наблюдении эффектов динамической дифракции на кристаллах вольфрама высокой степени совершенства.

Монокристаллы вольфрама с чистотой 99.95% были выращены методом электронно-лучевой зонной плавки [3]. Монокристаллические слитки подвергались пластической деформации и последующему рекри-

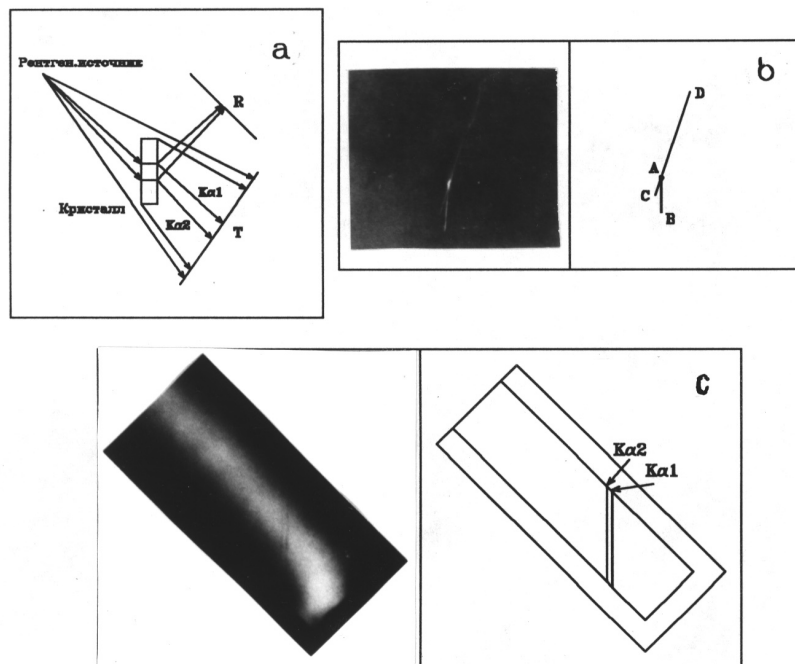


Рис. 1. Топограммы монокристалла вольфрама, рефлекс (110), излучение — $\text{CuK}\alpha$. *a* — схема эксперимента; *b* — направление *R*, линия *CD* — изображение от края кристалла в непрерывном спектре, линия *AB* соответствует характеристическим линиям $\text{CuK}\alpha_{1,2}$; *c* — направление *T*.

сталлизационному отжигу при 2500°C в вакууме. Из них при помощи электро-искровой резки, механической шлифовки и электрополировки были приготовлены пластины размерами $20 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$, причем широкая грань пластин совпадала с плоскостью (110) с точностью $\pm 0.1^\circ$.

Для регистрации аномального прохождения рентгеновских лучей (эффект Бормана) использовалась классическая схема (рис. 1, *a*). В качестве источника расходящегося пучка рентгеновского излучения использовались острофокусная трубка с размером фокуса $50 \times 50 \mu\text{km}^2$. Расстояние образец-фотопленка составляло 10 см, источник-образец — 18 см (рис. 1, *a*). Несимметричная геометрия съемки (расстоя-

ние источник–образец \neq расстояние образец–фотопленка) использовалась для устранения эффектов фокусировки дифрагированных лучей по спектру излучения. На фотопленке регистрировался прямой прошедший луч T (рис. 1, *c*) и рефлекс (110) дифрагированного луча R (рис. 1, *b*). Кривые качания регистрировались в бездисперсионной схеме с использованием совершенного монокристалла кремния в качестве монохроматора. Топограммы углового сканирования снимались в режиме $\Theta-2\Theta$ сканирования.

На рис. 1 представлены результаты рентген-топографических исследований кристалла вольфрама. Изображение в прямом пучке представляет собой тень от образца, повторяющую его форму (рис. 1, *c*). На этой тени тонкие вертикальные двойные линии представляют собой изображение прошедшего через кристалл характеристического излучения $\text{CuK}\alpha_{1,2}$. Аналогичные линии видны и в дифракционном направлении R (рис. 1, *b*). Эти линии смещаются вдоль поверхности образца при его повороте. Дифрактометрирование волн, прошедших в направлениях R и T (рис. 2, *a, b*), показывает, что интенсивности (T) как дифрагированного, так и прямого прошедшего луча одинаковы.

Расчет по кинематической теории показывает, что для медного излучения при толщине образца 0.3 mm ($\mu t \sim 98$) поглощение составляет 10^{43} . При доступных источниках излучения (не более 10^7-10^8 имп/с) получить регистрируемую интенсивность на прохождение невозможно.

На образец падает расходящийся пучок рентгеновских волн, причем углы падения рентгеновских лучей различны для разных участков поверхности образца. Поэтому при заданной длине волны условия дифракции выполнены вдоль некоторой линии на поверхности образца. В случае динамической дифракции (совершенный кристалл) в точках выполнения условий дифракции наблюдается усиление интенсивности в прошедшем пучке, причем она одинакова как в R , так в T направлениях. В кинематическом приближении (дефектный кристалл) происходит ослабление интенсивности. Сам факт регистрации прошедшего излучения и одинаковая интенсивность излучения в дифракционном и прямом прошедшем лучах, наблюдение усиления интенсивности характеристического $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ излучения в этих направлениях указывает на динамический характер дифракции. Наблюдение расщепления этих лучей на дуплет $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ и смещение при повороте образца указывает на их дифракционное происхождение, а не на топологическую особенность образца.

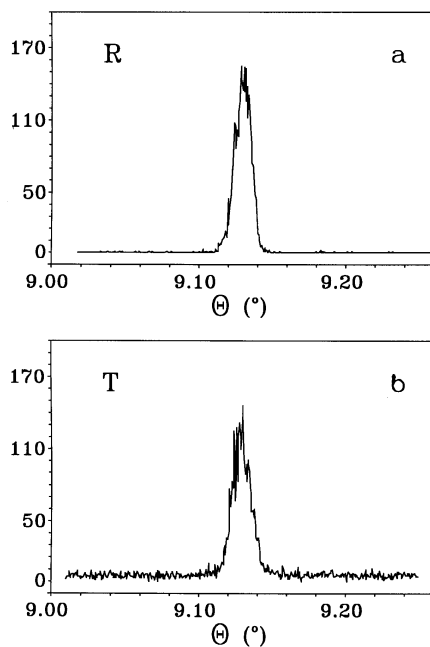


Рис. 2. Дифрактограммы монокристалла вольфрама, рефлекс (110), Θ сканирование, излучение $\text{MoK}\alpha 1$. *a* — направление *R*; *b* — направление *T*.

Наблюдение эффектов, связанных с динамическим характером распространения рентгеновских лучей, возможно лишь в кристаллах, у которых расстояние между дислокациями не превышает экстинкционную длину L . Расчет для рефлекса (110) $\text{CuK}\alpha$ для бездефектного кристалла W дает величину $L = 1.7 \mu\text{m}$, т. е. критическая плотность дислокаций равна $N = 1/L^2 = 3.5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$.

Для выяснения типа дефектов, преобладающих в нашем кристалле, и их плотности нами были сняты кривые качания для рефлекса (110) в геометрии Брэгга и Лауэ и измерен коэффициент интерференционного затухания μ_i . Ширина кривой качания в геометрии Лауэ равна $34''$. В геометрии Брэгга кривая качания уже и ее ширина составляет $73''$. Расчетные значения для этих же величин в бездефектном кристалле [4] составляют $5.5''$ и $48.6''$ в геометрии Лауэ и Брэгга соответственно.

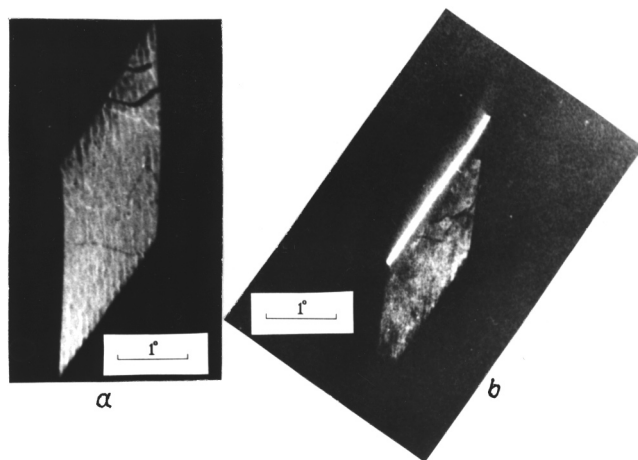


Рис. 3. Топограмма монокристалла вольфрама, рефлекс (110), $\Theta-2\Theta$ сканирование, излучение — $\text{CuK}\alpha$. *a* — в геометрии на отражение; *b* — в геометрии на прохождение, направление *R*.

Таким образом, уширение кривых качания в реальном кристалле по сравнению с бездефектным кристаллом составляет около $25''$ для обеих кривых качания. Измерения коэффициента поглощения дифрагированного молибденового излучения дают значение $\mu_i = 464.4 \text{ cm}^{-1}$, а расчет для бездефектного кристалла дает величину на 25% меньше — 369.2 cm^{-1} .

Отличие измеренных величин ширины кривой качания и коэффициента интерференционного поглощения от расчетных для бездефектного кристалла позволяют определить плотность дислокаций в нашем кристалле. Оценки плотности дислокаций по ширине кривой качания [5] дают $N = 2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$, а по коэффициенту интерференционного поглощения [6] $N = 4 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Эти данные находятся в хорошем согласии с плотностью дислокаций, определенной по ямкам травления, — $N = 5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Таким образом, плотность дислокаций в реальном кристалле существенно меньше критической. Заметим, что плотность дислокаций, определенная по коэффициенту интерференционного поглощения, больше, чем по ширине кривой качания. Это, по-видимому, обусловлено наличием в кристалле дефектов (например, точечных),

которые приводят к увеличению поглощения, но не дают никакого вклада в ширину кривой качания [7].

Наблюдение эффекта Бормана позволяет получить на нашем кристалле топограмму углового сканирования на прохождение (рис. 3, *a*). На ней видны блоки размером более 1–2 мкм. Сравнение с топограммой на отражение (рис. 3, *b*) позволяет сделать заключение об аналогичном отражении блочной структуры, но топограмма на просвет обладает большей контрастностью изображения из-за динамического сужения дифрагированного луча для толстого кристалла (меньшая ширина кривой качания в геометрии Лауэ).

Авторы выражают благодарность В.Б. Молодкину, Е.В. Шулакову за полезные обсуждения результатов, В.В. Ломейко за выращивание монокристалла.

Работа выполнена при поддержке проектов МНТЦ № 437 и Миннауки № 2.8.99 (Программа "Поверхностные атомные структуры").

Список литературы

- [1] Квардаков В.В., Соломенков В.А., Паулис В., Хегер Г., Пиньел С. // Письма в ЖЭТФ. 1994. Т. 60. С. 711.
- [2] Ковальчук М.В., Крейнис А.Я., Осипьян Ю.А., Квардаков В.В., Соломенков В.А. // Письма в ЖЭТФ. 1997. Т. 65. С. 703.
- [3] *Glebovsky V.G., Semenov V.N., Lomeyko V.V.* // J. Crystal Growth. 1988. V. 87. С. 142.
- [4] *Пинскер З.Г.* Рентгеновская кристаллооптика, М.: Наука, 1982.
- [5] *Шейхет Э.Г., Ефимов О.Н., Веселовская Н.В.* // ФТТ. 1972. Т. 18. С. 272.
- [6] *Кисин В.И., Стратан И.В.* // ФТТ. 1970. Т. 12. С. 1274.
- [7] *Кривоглаз М.А.* Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в не идеальных кристаллах. Киев, Наукова думка, 1983.