

ИССЛЕДОВАНИЕ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ ОТРАЖЕНИЙ НА ПЛЕНКАХ InTe С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ РЕГИСТРАЦИИ И ПРОТИВОПОЛЯ

Р. К. КАРАХАНИЯН, Р. М. ИМАМОВ, З. Г. ПИНСКЕР

В результате исследования интенсивностей отражений на пленках InTe показано, что использование электрической регистрации и противоположа не только улучшает сходимость вычисленных и экспериментальных структурных амплитуд, но и способствует более точному определению параметров структуры и ее состава при исследовании дефектных и разупорядоченных структур.

Успешное применение электронографического структурного анализа к определению атомных структур вещества определяется не только точным знанием теории рассеяния электронов на тонких пленках вещества, но также и развитием методики и техники эксперимента. В связи с усовершенствованием и прецизированием электронографического структурного анализа возникает необходимость использования электрической регистрации интенсивностей электронограмм как с применением, так и без применения противоположа.

Целью настоящей работы является экспериментальное исследование возможностей электронографического структурного анализа, связанных с наличием или отсутствием динамических эффектов, с вкладом неупругого рассеяния, главным образом, в интенсивность максимумов отражений, а также получение точных количественных данных для высот пиков потенциала. Последние данные могут быть использованы для определения степени дефектности исследуемой фазы.

В работе [1] для простейших кубических структур NH_4Cl , TlCl и NaCl нами было показано, что использование электрической регистрации с применением фильтра существенно улучшает сходимость экспериментальных и вычисленных структурных амплитуд по сравнению с фотографическим методом регистрации интенсивностей отражений.

В настоящей работе исследовано соединение InTe , имеющее более сложную тетрагональную структуру по сравнению с NH_4Cl , TlCl и NaCl . Выбор этого вещества для исследования диктовался тем, что его кристаллическая структура содержит атомы только с одним параметром для одного сорта. Кроме того, разность порядковых номеров элементов In и Te (49 и 52 соответственно) составляет всего 3 единицы. Таким образом, на примере соединения InTe можно проследить влияние точности измерения интенсивностей отражений на возможность различия в высотах пиков потенциалов атомов с близкими порядковыми номерами в синтезах Фурье.

По данным [2] InTe кристаллизуется в тетрагональной сингонии и принадлежит к структурному типу TlSe . Пространственная группа — D_{4h}^{18} — $14/m\bar{c}m$, периоды элементарной ячейки следующие: $a = 8,42 \text{ \AA}$, $c = 7,12 \text{ \AA}$. В структуре InTe атомы In занимают два частных четы-

рехкратных положения, а атомы Te — восьмикратное положение с параметром $z_{\text{Te}} = 0,180$. Число формульных единиц в ячейке $Z = 8$.

В данной работе сплавы InTe были приготовлены нагреванием отдельных компонентов, взятых в стехиометрическом соотношении, в откачанных и запаянных кварцевых ампулах при температуре 700°C с последующим продолжительным отжигом в течение 30 часов при температуре 200°C . Пленки для электронографического исследования методом прохождения приготовлены напылением сплава в вакууме 10^{-5} тор на свежий скол NaCl при комнатной температуре. Непосредственно после конденсации образцы переносились на сеточки и просматривались в электронографе ЭР-100. Под действием слабого пучка пленки давали картину аморфного состояния. При постепенном увеличении интенсивности пучка пленка переходила из аморфного состояния в поликристаллическое. При наклоне образца на всевозможные углы относительно направления падающего луча никакой ориентации не было заметно. Эти снимки фотометрировались по трем направлениям, составляющим угол 60° . Электронограмма от поликристалла InTe была проиндицирована на основе тетрагональной ячейки с периодами $a = 8,439 \text{ \AA}$ и $c = 7,069 \text{ \AA}$, погасания наблюдались для рефлексов с индексами, удовлетворяющими условиям $h + l \neq 2$, $k + h \neq 2$, $k + l \neq 2$. Эти данные находятся в согласии с результатами работы [2].

Измерение интенсивностей производилось микрофотометрически со снятых при 50 кВ методом кратных экспозиций электронограмм и непосредственно электрической регистрацией с помощью ФЭУ в электронографе ЭР-100. Электрическая регистрация производилась также при 50 кВ как без противополя, так и с использованием противополя. Напряжение на фильтре подбиралось так, чтобы исключить фон. Для регистрации интенсивностей слабых отражений последовательно переходили на более чувствительные шкалы измерения электронного тока.

При микрофотометрическом методе измерения интенсивностей было зарегистрировано 94 рефлекса до $\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)_{\text{макс.}} = 0,62 \text{ \AA}^{-1}$, при электрической регистрации без противополя — 114 рефлексов с $\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)_{\text{макс.}} = 0,808 \text{ \AA}^{-1}$ и, наконец, при электрической регистрации с использованием противополя — 56 рефлексов до $\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)_{\text{макс.}} = 0,453 \text{ \AA}^{-1}$. Для количественной обработки были использованы 56 рефлексов на электронограммах, интенсивности которых можно было измерить всеми тремя способами. Сливающихся отражений было всего 19 из 56; разделение таких отражений, как и все вычисления, производилось на ЭВМ—220-M по программе «Кристалл».

Переход от интенсивностей к структурным амплитудам был осуществлен по кинематической формуле рассеяния электронов. Далее, на основе модели структуры [2] при $B = 2,2 \text{ \AA}^2$ были рассчитаны структурные амплитуды $\Phi_{\text{теор.}}$ и сопоставлены с $\Phi_{\text{эксп.}}$. При этом фактор расходи-

мости $R_1 = 24,6\%$ для электрической регистрации с фильтром, $R_2 = 25,3\%$ для электрической регистрации без фильтра и $R_3 = 24,2\%$ для интенсивностей, измеренных микрофотометрически. После уточнения температурного множителя (см. табл. 1) самое низкое значение фактора расходимости

Таблица 1

Число отражений	$B_{\text{общее}}$	Электрическая регистрация с фильтром	Электрическая регистрация без фильтра	Микрофотометрическое измерение интенсивностей
56	$1,7 \text{ \AA}^2$	$R_1 = 11,9\%$ $z_{\text{Te}} = 0,184$	$R_2 = 16,2\%$ $z_{\text{Te}} = 0,182$	$R_3 = 18,5\%$ $z_{\text{Te}} = 0,180$

$R_1 = 11,9\%$ было получено при электрической регистрации интенсивностей с использованием противоположа. В табл. 1 приведены также координаты z_{Te} , полученные в трех случаях. Определение параметра атома Te производилось непосредственно из экспериментальных синтезов и дало $z_{\text{Te}} = 0,184$ для случая минимального фактора расходимости $R_1 = 11,9\%$ при электрической регистрации с противоположем.

Далее, были сопоставлены сечения трехмерного ряда потенциалов $\varphi_{\text{с фильтром}}$, $\varphi_{\text{без фильтра}}$ и $\varphi_{\text{микроф.}}$ для электрического и микрофотометрического методов измерения интенсивностей. Для учета влияния обрыва ряда по вычисленным структурным амплитудам для тех же рефлексов и при том же $B = 1,7 \text{ \AA}^2$ был построен также синтез $\varphi_{\text{теор.}}$ Для интенсивностей отражений, измеренных электрическим способом с использованием противоположа, на трехмерном сечении наблюдается более сжатая форма пиков и значения потенциала на периферии пика меньше для всех атомов. Наблюдаемые на указанных синтезах значения потенциала атомов In и Te приведены в табл. 2.

Таблица 2

Высота пиков потенциала в вольтах

Способ измерения интенсивностей	In	Te
Электрический, с фильтром	459 ± 5	478
Электрический, без фильтра	459 ± 8	482
Микрофотометрический	443 ± 18	488
Теоретические данные	471 ± 2	484

Значения потенциала φ_{In} в центре атомов In, приведенные в табл. 2, являются средними из двух величин, отвечающих двум частным положениям. Как можно видеть из этой таблицы, разброс двух значений φ_{In} значительно меньше разности $z_{\text{Te}} - \varphi_{\text{In}}$ для всех экспериментальных величин и, таким образом, максимумы для атомов In и Te надежно различаются. Можно также отметить лучшую сходимость с теоретической вели-

чиной и меньший разброс высот максимумов In при электрической регистрации по сравнению с микрофотометрической. Атом Te при счете синтезов был выбран в качестве масштабного пика. Вследствие этого значения его высот во всех случаях практически одинаковы.

Как было отмечено выше, при фотометрическом методе регистрации интенсивностей и при электрической регистрации их без противополоя было зафиксировано не 56 отражений, а гораздо больше—соответственно 94 и 114 рефлексов. Для всех 94 отражений электронограммы, интенсивности которых были измерены микрофотометрически, после уточнения структуры $R=25,6\%$. В случае электрической регистрации интенсивностей без противополоя для 114 зарегистрированных отражений фактор расходимости $R=20,5\%$. Такой рост величины R с увеличением массива рассматриваемых структурных амплитуд несомненно свидетельствует о том, что ухудшается точность измерения интенсивностей дальних отражений.

Таким образом, полученные в работе результаты свидетельствуют о том, что электрическая регистрация интенсивностей не только улучшает сходимость вычисленных и экспериментальных амплитуд [1], но и способствует более точному определению параметров структуры и ее состава при исследовании дефектных и разупорядоченных структур.

Институт кристаллографии АН СССР,
Преванский государственный университет

Поступила 20.II.1973

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. С. Авилос, Р. М. Имамов, Р. К. Караханян, Э. Г. Пинскер. Кристаллография, 17, 6 (1972).
2. K. Shubert, E. Dörre, M. Kluge. Z. Metallkunde, 46, 216 (1955).

InTe ԹԱՂԱՆՔՆԵՐԻ ՎՐԱ ԱՆԴՐԱԴԱՐՁՈՒՄՆԵՐԻ ԻՆՏԵՆՍԻՎՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ ՈՒՍՈՒՄՆԱՍԻՐՈՒԹՅՈՒՆԸ ԷԼԵԿՏՐԱԿԱՆ ԳՐԱՆՑՄԱՆ ԵՎ ԷԼԵԿՏՐԱԿԱՆ ԱՐԳԵԼԱԿԱՅԻՆ ԴԱՇՏԻ ՕԳՏԱԳՈՐԾՄԱՆ ՄԻՋՈՑՈՎ

Ռ. Կ. ԿԱՐԱԽԱՆՅԱՆ, Ռ. Մ. ԻՄԱՄՈՎ, Զ. Գ. ՊԻՆՍԿԵՐ

InTe թաղանթների վրա անդրադարձման ինտենսիվությունների հետազոտությունները ցույց են տալիս, որ էլեկտրական գրանցման օգտագործումը ոչ միայն բարելավում է տեսական և փորձնական ստրուկտուրային ամսյլիտուզանների ղուգամիտումը, այլ նաև հնարավորություն է տալիս ավելի ճշգրիտ որոշել ստրուկտուրայի պարամետրերը և նրա բաղադրությունը դեֆեկտային և օկարգավորված ստրուկտուրաների ուսումնասիրության հնարավորում

THE INVESTIGATION OF INTENSITIES OF REFLECTIONS FROM THIN InTe FILMS USING ELECTRICAL REGISTRATION AND GEGENFELD

R. K. KARACHANIAN, R. M. IMAMOV, Z. G. PINSKER

It is shown, that the electrical registration of intensities of electron diffraction permits to determine the parameters of structures and its composition more exactly.