Известия НАН Армении, Физика, т.37, №3, с.178-184 (2002)

УДК 548.732

# ОСОБЕННОСТИ ОТРАЖЕННЫХ И ПРОХОДЯЩИХ ЧЕРЕЗ МОНОКРИСТАЛЛЫ РЕНТГЕНОВСКИХ ПУЧКОВ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА

## М.А. НАВАСАРДЯН, Р.Ц. ГАБРИЕЛЯН

#### Ереванский государственный университет

## (Поступила в редакцию 20 ноября 2001 г.)

Используя монолитную двухблочную систему из совершенного монокристалла кремния, показано, что при симметричном отражении рентгеновских пучков по Брэггу полного отражения не происходит. Имеет место сильно локализованное по ограниченной глубине кристалла отражение, при котором значительная часть падающей энергии идет по направлению дифракции, а остальная часть проникает вглубь кристалла, очень слабо взаимодействуя с ним. Если проникающий и одновременно преломляющийся луч доходит до торцевой грани образца, то на месте выхода происходит его расшепление и наряду с проходящим появляется и второй отраженный луч, распространяющийся параллельно основному отраженному пучку, интенсивность которого намного уступает интенсивности проходящего пучка.

Общепринято, что в пределах столика Дарвина происходит полное отражение (~100%) падающей плоской волны от поверхности совершенного монокристалла, когда эта поверхность совпадает с одной из атомных плоскостей кристаллической решетки. Теоретически такие результаты были получены Дарвином (1914) [1] и Эвальдом (1917) [2], и, вообще говоря, подобный результат вытекает из динамической теории. Однако прямые количественные измерения, предпринятые еще с начала двадцатых годов прошлого столетия, не дали согласующихся с теорией результатов. Например, в работе [3], выполненной с кристаллом кальцита, для процентного отражения Р получилось от 30 % до 44% (процентное отражение - отношение интенсивностей отраженного от поверхности рентгеновского пучка к интенсивности падающего пучка в процентах). В работе [4] для одной и той же пары высокосовершенного монокристалла кальцита для этого же параметра P получено от 64% для CuK, излучения до 35% для WK<sub>а</sub> излучения. В этих работах использовались двухкристальные спектрометры с расположением кристаллов (1,-1). Использовались плоскости (200) высокосовершенных монокристаллов кальцита (CaCO<sub>3</sub>). Фактически в этих работах не подтвердились теоретичес-

кие предсказания, и это, по-видимому, не потому, что кристаллы не имели довольно совершенной структуры или эксперимент выполнялся недостаточно корректно, а из-за того, что взаимодействие между пучком и кристаллом имеет иной характер. В пользу последнего утверждения говорит тот факт, что один и тот же кристалл в работе [4] не мог для одного излучения быть совершенным и дать высокое процентное отражение (64% для СиКа излучения ), а для другого - несовершенным (35% для WK, излучения). Возникает естественный вопрос: где теряется часть энергии падающего пучка в случае отражения WKa излучения в работе [4] (когда отражается всего 35% энергии этого пучка), ведь совершенство образца кристалла кальцита, разумеется, то же самое. Вопрос не получил соответствующего ответа в прежних теоретических или экспериментальных работах. Идея о стопроцентном отражении защищалась в известных книгах [5,6], опубликованных в разные годы, а также в наши дни, например, в работе [7]. Экспериментально высокие значения процентного отражения (87% и 93%) представлены в [8,9], где отражения СиК, пучка получены от атомных плоскостей (111) и (220) кристалла германия, соответственно.

В работе [10] показано, что сравнительно большое процентное отражение может происходить в условиях асимметричного падения (атомная плоскость не совпадает с геометрической поверхностью образца), когда пучок в кристалле, распространяясь по узкой приповерхностной полосе - по экстинкционной глубине, проходит большой путь (порядка миллиметра), где пучок и может полностью потерять свою энергию. При симметричном падении у этого же образца не наблюдается большого процентного отражения и по пути лучей вне экстинкционной глубины распространяется сильный проходящий пучок, который при выходе из торцевой грани образца формирует два других пучка со значительной интенсивностью, идущих либо параллельно отраженному пучку, либо по направлению прохождения. В работах [10,11] эксперименты выполнялись со многими совершенными монокристаллами. Пучки на торцевой поверхности наблюдались и в [12,13], однако поскольку применялся непрерывный спектр с широкой апертурой, то появление этих пучков объяснялось краевыми эффектами широкого пучка вблизи границ столика Дарвина.

В вышеперечисленных и аналогичных работах имелись три основных недостатка: 1) не может быть утверждено, что в экспериментах монохроматор и анализатор с автономными движениями (вращениями) устанавливаются так точно, что отражающие атомные плоскости являются идеально параллельными [3,4,10,11,14], 2) применялись исходные широкие пучки и однокристальные схемы [12,13], 3) в случае больших *P* [8,9] применялись большие длины волн и кристаллы с большими *Z*. При таких комбинациях кристаллы являются сильнопоглощающими.







Рис.1. а) Пространственное расположение лентообразного пучка по отношению к блокам двухблочной монолитной системы с соответствующими ориентациями отражающих атомных плоскостей при трехкратном отражении, и схемы получения однократного (I-б), двухкратного (II-в) и трехкратного (III-г) отражений от диблока из кремния. R – пучок отраженный от поверхности. S – проходящий пучок внутри кристалла, T – проходящий пучок,  $T_R$  – пучок, отраженный на торцевой грани в точке выхода пучка T.

Цель настоящей работы заключалась в том, чтобы создать идеально параллельные друг другу отражающие атомные плоскости у обоих кристаллов (у монохроматора и анализатора) с тем, чтобы отраженные на первом кристалле пучки полностью отражались и на втором (последующем) кристалле. Для этого использовался диблок из сравнительно легкого элемента и с общим основанием, а именно, система была изготовлена из монолитного высокосовершенного (бездислокационного) монокристалла кремния. Геометрия и расстояние между блоками выбирались таким образом, чтобы от диблока получались и регистрировались однократно-, двухкратно- и трехкратно-отраженные монохроматические пучки (см. рис.1). Размеры диблока были таковы: длины блоков – 44мм и 18мм, расстояние между ними – 4,6мм, их толщины – 5мм, толщина основания – 5мм, высота – 20мм.

После каждого отражения сцинтилляционным счетчиком регистрировались интенсивности этих пучков. Это дало возможность осуществить также абсолютные измерения интенсивностей этих пучков.

Для измерения интенсивностей пучков диблок с высококачественной химической полировкой и с точно соориентированными по вертикали отражающими плоскостями (110) устанавливался на гониометрической головке камеры фирмы "Rigaku Denki", которая дает возможность сканировать кристалл в необходимых направлениях. В нашем случае кристалл сканировался вдоль дифракционного вектора отражений (220) или (440), при этом падающий пучок передвигался вдоль поверхности длинного блока (на рисунках указаны двойной стрелкой). Сканирование дает возможность приблизить точку падения пучка к торцевой поверхности попеременно одного из блоков и наблюдать поведение пучка при выходе из торцевой грани этих блоков. Предварительная коллимация такова, что получается отражение либо от МоК<sub>а</sub>, либо от МоК<sub>а</sub>2 пучков.

#### Экспериментальные результаты

На рис. 1а представлено пространственное расположение лентообразного падающего пучка и пучков, возникающих вследствие проникновения части энергии в глубь кристалла, по отношению к блокам двухблочной монолитной системы с соответствующими ориентациями отражающих атомных плоскостей, а на рис. 16, в, г показаны три разновидности отражений от системы блоков, а именно, однократное и двухкратное отражение от плоскостей (110) – 16, 1в (рефлекс 220) и трехкратное отражение от этих же плоскостей (110) – 1г (рефлекс (440).

На рис.2а показаны поперечные сечения R,  $T_R$  и T рефлексов (пучков) (R – пучок, отраженный от поверхности, T – проходящий пучок,  $T_R$  – пучок, возникающий в точке выхода проходящего пучка от торцевой поверхности) вблизи торцевой грани при схеме 1в, когда точка встречи падающего пучка О с поверхностью блока находится на расстоянии 7мм от торцевой грани. На рис.26 представлены эти же рефлексы при трехкратном отражении от плоскостей (110) (отражение 440), со-

гласно схеме 1г. На рис.2в представлено отклонение пучка T от направления падения пучка  $R_i$  (см.рис.1в). При сканировании падающего пучка расстояние между R и  $T_R$  пучками меняется.

Из картин 2а и 2б очевидно, что часть энергии пучка проникает вглубь кристалла и на торце генерирует два  $T_R$  и T пучка (они не эквивалентны по интенсивности), и, кроме того, пучок вне активных приповерхностных зон (указан буквой s) в объеме кристалла, очень слабо рассеивается (пространство между R и  $T_R$  рефлексами не заполнено излучением) и в процессе дифракции участвует пучок по всей его ширине (ширины R и T пучков почти одинаковы, когда точка О близка к торцевой грани образца). Более того, на рефлексах T и  $T_R$  (рис.2б) наблюдаются эквивалентные интерференционные картины, хотя по интенсивности они не эквивалентны.



Рис.2. Поперечные сечения *R*, *T<sub>R</sub>* и *T* пучков при двухкратном отражении от плоскостей (220) – 2а (d=1,92 Å,  $\theta_{220}=10^{\circ}38'$ ) и трехкратном отражении от плоскостей (440) ( $\theta_{440} = 21^{\circ}47'$ ) – 2б по схемам 1в и 1г соответственно, на расстоянии 1см от торцевой грани, с десятикратным увеличением, и отклонение (преломление) проходящего пучка *T* от направления падающего пучка *R*<sub>1</sub> при разных высотах блоков 1в. Угловые масштабы на рисунках не выдержаны.

На рис.2в представлены следы проходящего через кристалл (и отклоняющегося) пучка *T* (снизу) и падающего пучка *R*, вне кристалла (сверху) при уменьшении высоты последнего блока по схеме рис.1в.

# Обсуждение и выводы

Известно, что при расположении одинаковых кристаллов с эквивалентными атомными плоскостями по схеме (1,-1) угловая ширина, охватываемая первым кристаллом, равна ширине принимаемой и вторым (третьим и т.д.) кристаллом. Следовательно, после второго и третьего отражения можно ожидать почти стопроцентного отражения, т.е. в глубинные слои кристалла не должна проникать какая-либо значительная доля рентгеновского пучка. Однако существование Т и T<sub>R</sub> пучков (см. рис.2а и 2б) утверждает обратное, т.е. при каждом отражении вовнутрь кристалла проникает значительная доля энергии падающего монохроматического пучка (в данном примере почти 70% падающего пучка отражается, а остальная часть проникает вглубь кристалла). Измерения глубин проникновения в активной зоне кристалла вблизи поверхности, где формируется отраженный 70%-ный пучок, дают величину, меньшую 0.1мм. Она имеет порядок экстинкционной глубины. Это означает, что несмотря на то, что в глубинных слоях распространяется пучок со значительной интенсивностью (30%), однако он на своем пути не генерирует отраженного пучка. Кроме того, коэффициент поглощения этого пучка очень мал, т.к. пучок в кристалле, проходя значительное расстояние (около 1см), сохраняет свою энергию и дает начало Т и Т<sub>R</sub> пучкам со значительной интенсивностью. Таким образом, после прохождения экстинкционной глубины характер пучка претерпевает скачкообразное изменение, т.е. на указанной глубине происходит сильное отражение и, следовательно, сильное уменьшение интенсивности проходящего пучка, и наоборот, проявляются малая рассеивающая и высокая проникающая способности проходящего пучка через оставшуюся глубину монокристалла.

При уменьшении высоты последнего блока наблюдается еще один важный результат, а именно, наблюдается значительное смещение *T* пучка в сторону *R* пучка, т.е. наблюдается довольно большое преломление (отклонение) проходящего пучка. Отсюда очевидно, что пучок внутри кристалла не распространяется вдоль атомных плоскостей, как это происходит в случае аномального прохождения.

Вышепредставленные экспериментальные результаты и результаты, полученные нами и другими авторами ранее, позволяют сделать следующие выводы:

 при отражении по Брэггу в случае симметричного падения не происходит полного отражения, и процентное отражение может изменяться, в общем случае, в широких пределах;

2) на границе раздела вакуум-кристалл, при отражении по Брэгту, падающий рентгеновский пучок ведет себя аналогично оптическим пучкам, т.е. часть энергии пучка отражается от узкой приповерхностной полосы кристалла, а остальная часть пересекает границу раздела и слегка отклоняется (преломляется) в сторону отраженного пучка и при выходе из торцевой поверхности (на границе кристалл-вакуум) дает начало отраженному по Брэггу пучку, а сама распространяется по направлению паления:

 внутри кристалла происходит очень слабое взаимодействие (рассеяние и поглощение) рентгеновского излучения с веществом;

 у сильнопоглощающих кристаллов (или в длинноволновой области спектра) наблюдается более высокое процентное отражение, чем у слабопоглощающих кристаллов.

## ЛИТЕРАТУРА

- 1. C.G.Darwin. Phil. Mag., 27, 315 and 675 (1914).
- 2. P.P.Ewald. Phys. Rev., 54, 519 (1917).
- 3. B.Davis, W.M.Stempel. Phys. Rev., 17, 608 (1921).
- 4. S.K.Allison. Phys. Rev., 41, 1 (1932).
- 5. З.Г.Пинскер. Рентгеновская кристаллооптика. М., Наука, 1982.
- R.W.James. The Optical Principles of the Diffraction of X-rays. Cornell University Press, New York, 1965.
- 7. A.Authier and C.Malgrange. Acta Cryst., A54, 806 (1998).
- 8. R.Bubakova, J.Drahokoupil, A.Fingerland. Czech. J. Phys., B11, 27 (1961).
- 9. B.Okkerze. Philips Res. Repts., 18, 413 (1963).
- 10. М.А.Навасардян, Г.Р.Петросян. Ученые записки ЕГУ, 1, 67 (1989).
- М.А.Навасардян, Г.Р.Петросян, К.Т.Айрапетян. В книге "Материалы Всесоюзной научно-практической конференции "Рентген-1". Нальчик, стр. 57-63, 1990.
- 12. G.Borrmann, G.Hildebrandt, H.Wagner. Z. Phys., 142, 406 (1955).
- 13. H.Wagner. Z. Phys., 146, 127 (1956).
- 14. A.Authier. Journal de Physique, 23, 961 (1962).

# FEATURES OF X-RAY BEAMS REFLECTED FROM AND TRANSMITTED THROUGH SINGLE CRYSTALS IN BRAGG GEOMETRY

### M.A. NAVASARDYAN, R.TS. GABRIELYAN

With the use of monolithic diblock system of a perfect silicon single crystal we show that in a symmetric Bragg reflection of X-rays no total reflection occurs. Instead a reflection takes place strongly localized upon a limited depth of the crystal in which a considerable portion of the incident energy travels in the diffraction direction while the remaining portion penetrates inside the crystal interacting with it very weakly. In the point where the penetrating and, at the same time, refracting beam reaches the edge face of the sample, splitting of the beam occurs and a second reflected beam appears, along with the transmitted one, whose intensity is much lower than that of the transmitted beam.