

УДК 537.531:535.4

ФИЗИКА

П. А. Безирганян, М. А. Навасардян

Зависимость структуры и интенсивности рентгеновых рефлексов от величины и направления температурного градиента

(Представлено чл.-корр. АН Армянской ССР М. Л. Тер-Микаеляном 10/1 1968)

Влияние тепловых напряжений на пятна лауэграммы впервые экспериментально исследовали Сакисака и Сумото (1). Они показали, что под влиянием термических напряжений, возникающих в облучаемом образце кварца при температурном градиенте, раздвоенность лауэ пятен исчезает: не только поверхностные слои, но и весь облучаемый объем при градиенте рассеивает сильнее. Эти исследования были произведены при больших градиентах $\left(167 \frac{\text{град}}{\text{см}}\right)$.

Борман и Гильдебрант (2, 3) исследовали зависимость интенсивности „прямого“ и дифрагированного пучков от температурного градиента в кристалле кальцита при MoK_α излучении в режиме аномального прохождения (толщина кристалла 3,2 см, $\mu t = 70$, где μ — коэффициент поглощения, t — толщина кристалла). Они показали, что даже незначительный градиент $\left(0,6 \frac{\text{град}}{\text{см}}\right)$ сильно влияет на интенсивность как „прямого“, так и дифрагированного пучков — интенсивность этих пучков с появлением градиента сильно падает. В этой работе отмечается также, что отношение интенсивностей „прямого“ и дифрагированного пучков несколько зависит от направления градиента (они наблюдали эту слабую зависимость, меняя направление градиента только на обратную сторону).

Окерз и Пеннинг (4) исследовали зависимость интенсивностей „прямого“ и дифрагированного пучков в германиевых кристаллах в режиме аномального прохождения при сравнительно больших градиентах $\left(20 - 30 \frac{\text{град}}{\text{см}}\right)$. Они тоже показали, что интенсивность „прямого“ и дифрагированного пучков при этих градиентах падает и отношение интенсивностей этих пучков зависит от направления градиента.

Однако необходимо отметить, что этот интересный и важный вопрос зависимости интенсивностей „прямого“ и дифрагированного пучков от направления градиента при различных факторах (μt и величины градиента) никто специально и детально не исследовал.

В данной работе на кварцевых образцах исследована зависимость интенсивности и структуры рентгеновых рефлексов (дифрагированных пучков) от направления и величины температурного градиента для различных μt , при непрерывном изменении направления градиента в пределах углов от нуля до 2π .

Исследована также зависимость интенсивностей рефлекса (220) от направления градиента и величины μt , т. е. в режиме аномального и неаномального прохождения на кристаллах кремния.

1. *Исследование интенсивности рентгеновых рефлексов при температурном градиенте на кристаллах кварца.* Исследованы рефлексы, полученные от плоскостей $(10\bar{1}1)$ кварцевых кристаллических дисков в двустороннем случае (плоскости были перпендикулярны к большой поверхности диска). Были исследованы интенсивности отражений первого порядка $Mo K_\alpha$ излучений от указанных плоскостей в зависимости от величины и направления градиента и от толщины кристалла. Толщина кристалла варьировалась в пределах от 1,5 до 4 мм, а градиент — в пределах от 3 до $25 \frac{\text{град}}{\text{см}}$. Измерения проводились на дифрактометре УРС-50ИМ. Специальным приспособлением направление градиента непрерывно менялось.

Результаты измерений следующие:

1. Градиент сильно влияет на интенсивность отражения только в том случае, когда он перпендикулярен к отражающим плоскостям, т. е. когда вектор градиента параллелен вектору $\vec{S} = \vec{S}_0 - \vec{S}_1$, где \vec{S}_0 и \vec{S}_1 единичные векторы в направлениях падения и отражения соответственно. С увеличением угла между вектором \vec{S} и вектором градиента \vec{V} влияние градиента сильно падает и принимает минимальное значение, когда угол между векторами равен $\frac{\pi}{2}$.

2. Влияние градиента также резко зависит от того, векторы градиента и дифракции (\vec{V} и \vec{S}) параллельны или антипараллельны. На рис. 1 кривая *a* изображает интенсивность рефлекса при отсутствии градиента, а кривая *б* — интенсивность рефлекса при градиенте $4 \frac{\text{град}}{\text{см}}$, когда вектор градиента \vec{V} антипараллелен дифракционному

вектору \vec{S} (рис. 2а, $T_2 > T_1$). Кривая *в* (рис. 1) изображает интенсивность рефлекса при том же градиенте, когда вектор градиента \vec{V} параллелен дифракционному вектору \vec{S} (рис. 2б, $T_2 < T_1$). Как

видно из этих кривых, градиент увеличивает интенсивность отражения, когда он направлен навстречу дифракционному вектору. А когда вектор градиента направлен в сторону дифракционного вектора, интенсивность рефлекса сильно падает и происходит расщепление рефлекса.

При больших градиентах $\left(25 \frac{\text{град}}{\text{см}}\right)$ как в первом ($\vec{B} \downarrow \vec{S}$), так и во втором ($\vec{B} \uparrow \vec{S}$) случаях интенсивность рефлекса из-за градиента увеличивается и расщепление не происходит. Однако в первом случае увеличение интенсивности гораздо больше, чем во втором (рис. 3, кривые б и в соответственно).

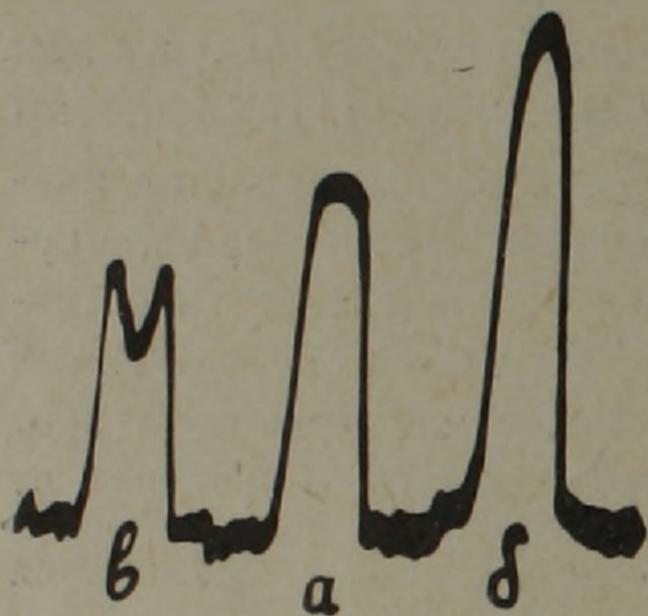


Рис. 1. Отражение от кварца (KH_2PO_4). Эти измерения также при малом градиенте.

Измерения интенсивности рефлекса при градиенте проводились также для различных толщин кристаллического диска. Эти измерения показали, что характер зависимости интенсивности рефлекса от градиента не зависит от толщины кристалла, в пределах толщин от 1,5 до 4 мм ($\mu t = 1,5 \div 4$).

Была исследована зависимость интенсивности рефлекса (100) от направления градиента и для кристалла КДП. Эти измерения также подтвердили вышеуказанный характер зависимости интенсивности рефлекса от градиента.

2. Исследование интенсивности рентгеновых рефлексов при температурном градиенте на кристаллах кремния в режиме аномального и неаномального прохождения. В случае кремния исследованы образцы, тоже имеющие вид диска. В зависимости от режима (аномального и неаномального прохождения) характер изменения интенсивности от температурного градиента различен.

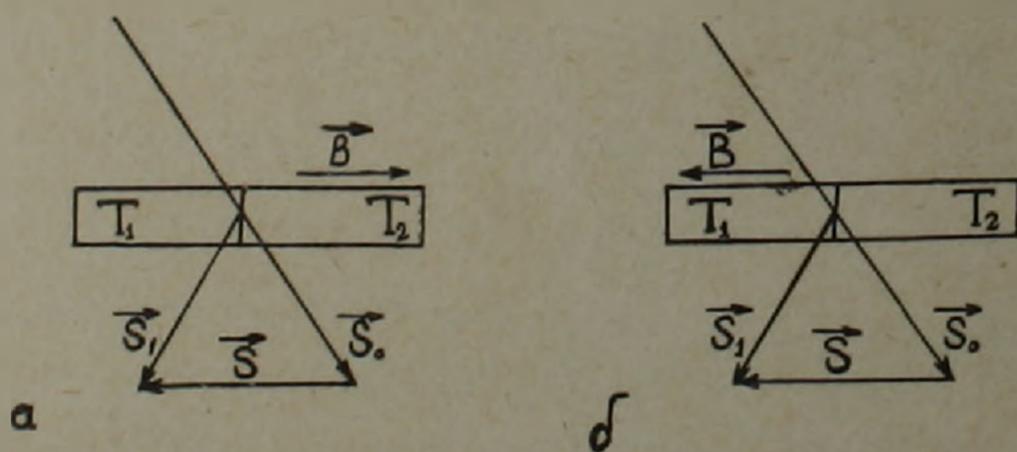


Рис. 2. а — направление векторов градиента и дифракции антипараллельны ($\vec{B} \downarrow \vec{S}$); б — направление векторов градиента и дифракции параллельны ($\vec{B} \uparrow \vec{S}$).

В режиме неаномального прохождения (тонкий кристалл $\mu t \approx 1$) ход зависимости интенсивности рефлекса от направления температур-

ного градиента почти такой же, как и в случае кварца (при малом градиенте), если не считать то, что в случае кремния интенсивность рефлекса несколько слабее зависит от величины градиента, чем в случае кварца. В случае аномального прохождения (толстый кристалл $\mu t = 10 + 30$) в зависимости от толщины кристалла, т. е. в зависимости от μt , влияние температурного градиента сказывается на интенсивность рефлекса по-разному. Так, например, при $\mu t = 15$, интенсивность резко зависит от направления градиента. На рис. 4а показана интенсивность рефлекса при отсутствии градиента, на рис. 4б и в — интенсивность рефлексов при наличии градиента, $50 \frac{\text{град}}{\text{см}}$ в

случаях $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ и $\vec{B} \uparrow \downarrow \vec{S}$ соответственно. Как видно, из кривых рис. 4,

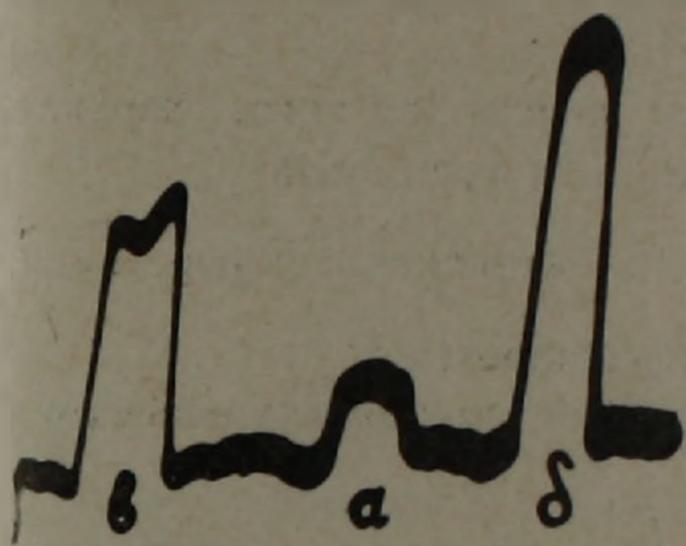


Рис. 3. Отражение от кварца при большом градиенте.

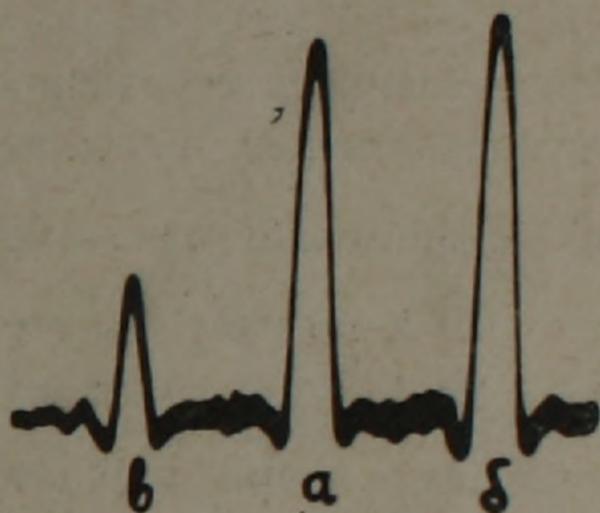


Рис. 4. Отражение от кремния при $\mu t = 15$.

в случае аномального режима при тонких кристаллах (не глубокая аномалия) интенсивность рефлекса при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ не падает (кривые а и б имеют почти одинаковую высоту), но при $\vec{B} \uparrow \downarrow \vec{S}$ интенсивность рефлекса из-за градиента резко падает.

При толстых кристаллах ($\mu t = 30$, сравнительно глубокая аномалия) независимо от направления градиента, интенсивность рефлекса резко падает. В этом случае ($\mu t = 30$) независимо от направления градиента интенсивность рефлекса уменьшается, но когда $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность уменьшается несколько больше, чем когда $\vec{B} \uparrow \downarrow \vec{S}$.

Результаты проведенных нами опытов в основном сводятся к следующему:

1. В случае кварцевых образцов имеем:

а) при небольших градиентах ($4 \frac{\text{град}}{\text{см}}$) интенсивность реф-

лекса уменьшается и рефлекс расщепляется при $\vec{B} \uparrow \downarrow \vec{S}$, а при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность увеличивается без расщепления;

б) при больших градиентах интенсивность рефлекса увеличивается независимо от направления и расщепление не происходит; однако

это увеличение в случае $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ гораздо больше, чем когда $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$, примерно аналогичные результаты получены в работе (5), где приводятся результаты исследования зависимости интенсивности от направления механических давлений в кристаллах кремния ($\mu t = 1,5$).

2. В случае кремниевых образцов имеем:

а) при малых μt ($\mu t = 15$, сравнительно тонкие кристаллы) интенсивность рефлекса при $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ остается неизменной, а при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ резко падает;

б) при больших μt ($\mu t = 30$, сравнительно толстые кристаллы) как в первом $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$, так и во втором $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ случаях интенсивность рефлекса резко падает.

Таким образом, из вышеизложенного можно сделать следующие выводы:

Интенсивность отражения сильно зависит от того, параллельны или антипараллельны векторы дифракции и градиента:

а) в неаномальном режиме при $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность рассеяния увеличивается, а при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность падает;

б) в неглубокой аномалии ($\mu t = 15$) интенсивность рассеяния при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ падает, а при $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ не меняется;

в) при глубокой аномалии как при $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$, так и при $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность рассеяния падает, но в первом случае уменьшение интенсивности больше, чем во втором.

Влияние градиента в основном сводится к тому, что отражательная способность различных сторон плоскостей меняется по-разному: интенсивности волн, отраженных от различных сторон данной системы плоскостей, отличаются друг от друга.

По-видимому, влияние градиента сказывается двояко:

а) в аномальном режиме градиентные нарушения совершенства кристаллов увеличивают поглощение и уменьшают интенсивность рефлекса;

б) из-за градиента происходит искривление отражающих плоскостей, в результате чего при отражении с их вогнутой стороны происходит фокусировка отраженных волн и интенсивность рефлекса увеличивается, а при отражении от выпуклых сторон происходит дефокусировка и интенсивность рефлекса уменьшается, чем и объясняется вышеуказанное несимметричное отражение.

Поэтому в кварцевых образцах при малых градиентах в случае $\vec{B} \downarrow \uparrow \vec{S}$ интенсивность рефлекса больше, чем в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$. Расщепление рефлекса в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ объясняется тем, что нарушения кристаллической решетки в поверхностных слоях больше, чем внутри кристалла (поверхностные слои отражают сильнее).

При больших градиентах нарушение кристаллической решетки еще больше увеличивается и преобладает над эффектом дефокусировки, и поэтому с обеих сторон системы плоскостей интенсивность отражения, оставаясь несимметричной, увеличивается.

В случае кремниевых образцов при аномальном происхождении:

а) при сравнительно тонких кристаллах ($\mu t = 15$) в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ фокусирующий эффект компенсируется ослабляющим эффектом (увеличение поглощения) и уменьшение интенсивности рефлекса не происходит, а в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$ происходит дефокусировка и увеличивается поглощение, поэтому интенсивность отражения уменьшается;

б) при сравнительно толстых кристаллах эффект увеличения поглощения преобладает над эффектом фокусировки, поэтому интенсивность отражения оставаясь несимметричной, как в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$, так и в случае $\vec{B} \uparrow \uparrow \vec{S}$, падает.

Ереванский государственный университет

Պ. Հ. ԲԵԶԻՐԳՎԱՆՅԱՆ, Մ. Ա. ՆԱՎԱՍԱՐԴՅԱՆ

Ռենտգենյան ռեֆլեքսի ստրուկտուրայի և ինտենսիվության կախումը ջերմաստիճանային գրադիենտի մեծությունից և ուղղությունից

Էքսպերիմենտալ եղանակով ուսումնասիրված է կվարցի ($10\bar{1}1$) և սիլիցիումի (220) ռեֆլեքսների կրած փոփոխությունը ջերմաստիճանային գրադիենտի ազդեցության տակ: Հայտնաբերված է, որ գրադիենտի ազդեցության տակ գտնվող բյուրեղների լատենսիվետրիկ անդրադարձած փնջի ինտենսիվությունը խիստ կախված է ջերմաստիճանային գրադիենտի ուղղությունից: Այն դեպքում, երբ դիֆրակցիոն վեկտորը \vec{S} և գրադիենտի վեկտորը \vec{B} իրար գուգահեռ են դիտվում է ինտենսիվության ուժեղ անկման տենդենց, իսկ երբ \vec{S} և \vec{B} վեկտորները իրար հակազուգահեռ են, դիտվում է ինտենսիվության մեծացում, կամ գոնե փոքրացումը արգելակող տենդենց: Ուսումնասիրությունները կատարվել են լատենսիվետրային բավականին լայն տիրույթի համար: Ընդգրկվել են ոչ անոմալային և անոմալային տիրույթները:

Պարզաբանված է, որ ինտենսիվության կախվածությունը գրադիենտից էական փոփոխություն է կրում μt -ի տարբեր արժեքների դեպքում, օրինակ՝

ա) $\mu t \approx 1$, $\vec{S} \uparrow \uparrow \vec{B}$ -անկում, $\vec{S} \downarrow \uparrow \vec{B}$ -մեծացում,

բ) $\mu t = 15$, $\vec{S} \uparrow \uparrow \vec{B}$ -անկում, $\vec{S} \downarrow \uparrow \vec{B}$ գրեթե փոփոխություն չկա,

գ) $\mu t = 30$, $\vec{S} \uparrow \uparrow \vec{B}$ ավելի մեծ անկում, քան երբ $\vec{S} \downarrow \uparrow \vec{B}$:

Այս փոփոխությունները բացատրվել են ֆոկուսացման և ապաֆոկուսացման միջոցով (անդրադարձնող հարթությունների ճկում), ինչպես նաև մեխանիկական ալիախոտումների, որոնք առաջանում են ջերմաստիճանային գրադիենտի ազդեցության տակ:

Л И Т Е Р А Т У Р А — Դ Ր Ա Կ Ա Ն Ո Ւ Ք Յ Ո Ւ Ն

¹ Y. Sakisaka, I. Sumoto, Proc. Math. Phys. Soc. (Japan), 13, 21 (1931). ² G. Borrmann, G. Hildebrandt, Z. Naturforsch., 11a, 585 (1956); Zs. F. Phys., 1956, 189—199, (1959). ³ G. Hildebrandt, Zs. F. Krist. 112/312, (1959). ⁴ B. Okkerse, P. Penning, Phil. Res. Repts., 18. n1. 82 (1963). ⁵ E. Fukushima, K. Hayakawa, H. Nimura, J. Phys. Soc. Japan, 17, 709 (1962).