



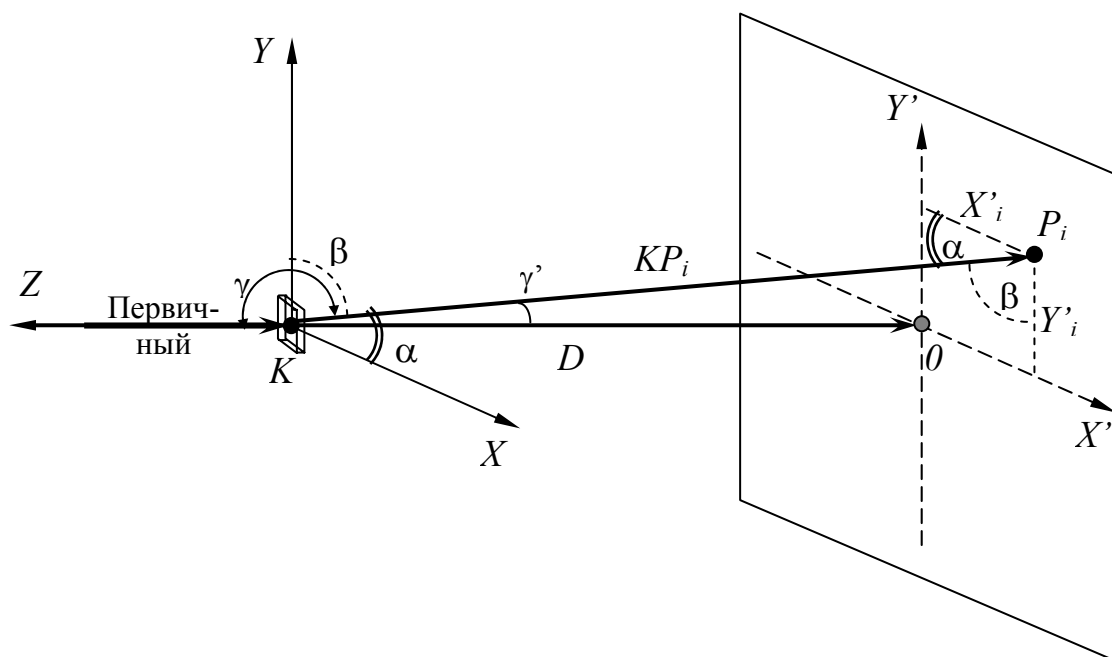
Лабораторный практикум по ФИЗИКЕ

ОПТИКА

Глушкова Т.М.

Задача № 163

Дифракция рентгеновских лучей на монокристаллах



МОСКВА 2005

Рецензенты: Васильев Е.И., Митин И.В.

Настоящее описание задачи лабораторного практикума по общей физике является переработкой соответствующего описания, подготовленного в 1961 году В.П.Тарасовой как пособие для студентов заочных и вечерних отделений государственных университетов.

Задача 163

ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА МОНОКРИСТАЛЛАХ

Введение

Целью данной лабораторной работы является знакомство с явлением дифракции рентгеновских лучей на трехмерной пространственной решетке с использованием в качестве такой решетки монокристалла кубической структуры.

1. Рентгеновское излучение

Рентгеновские лучи — это такие же электромагнитные волны, как и видимый свет, но со значительно более короткими длинами волн. Они занимают спектральную область между ультрафиолетовым и γ -излучением. При рентгенографических методах исследования строения твердых тел применяются рентгеновские лучи с длинами волн от 0.2 \AA до $\sim 2.5 \text{ \AA}$, т.е. примерно в 10^4 раз более короткими, чем длины волн видимого света. Энергия же рентгеновских квантов $E = h\nu$ ($\nu = c/\lambda$ — частота, λ — длина волны, c — скорость электромагнитных волн) во столько же раз выше. В силу этого рентгеновские лучи обладают уникальным свойством: они проходят через вещества, непрозрачные для видимого света. По характеру проникающей способности рентгеновские лучи делятся на мягкие (большие λ — малая проникающая способность) и жесткие (малые λ — большая проникающая способность).

Спектр рентгеновского излучения так же, как и видимого света, может быть сплошным или линейчатым. По аналогии рентгеновское излучение со сплошным спектром называют белым, а с линейчатым — характеристическим.

Для получения рентгеновского излучения используют установку, основной частью которой является **рентгеновская трубка**. Рентгеновская трубка представляет собой вакуумированный сосуд с 2-мя электродами: катодом (накаливаемая вольфрамовая нить, обеспечивающая термоэмиссию электронов) и анодом. Между электродами создается большое электрическое поле, под действием которого электроны ускоряются, с большой скоростью подлетают к аноду и резко тормозятся при столкновении с ним. При торможении электрона его кинетическая энергия превращается в энергию излучения и тепловую энергию. Этот процесс можно описать следующим равенством:

$$eV = \frac{mu^2}{2} = h\nu + \varepsilon, \quad (1)$$

где V — разность потенциалов между анодом и катодом; u — скорость, $mu^2/2$ — кинетическая энергия электрона перед соударением; $h\nu$ — энергия рентгеновского кванта; ε — потери энергии при неупругом соударении.

Соотношение между величинами энергий $h\nu$ и ε зависит от условий торможения каждого конкретного электрона: при торможении одного получается квант большей величины, при торможении другого — меньшей. Т.к. электронов в пучке — великое множество, то и в излучении присутствуют кванты

самых разных величин $h\nu$, т.е. возникает **непрерывный (сплошной) спектр** рентгеновского излучения, называемого в этом случае **тормозным**. Схематически сплошной спектр рентгеновского излучения изображен на рис. 1. Как можно видеть, распределение интенсивности излучения по длинам волн подобно некому статистическому распределению.

Если энергия электрона переходит в энергию кванта полностью (без тепловых потерь), т.е. когда $\varepsilon = 0$, возникает рентгеновское излучение максимальной частоты (или – минимальной длины волны)

$$h\nu_{max} = \frac{hc}{\lambda_{min}} = eV. \quad (2)$$

Т.о., минимальная длина волны λ_{min} рентгеновского излучения в сплошном спектре определяется величиной приложенного к электродам трубки напряжения V . Граница сплошного спектра со стороны длинных волн зависит от

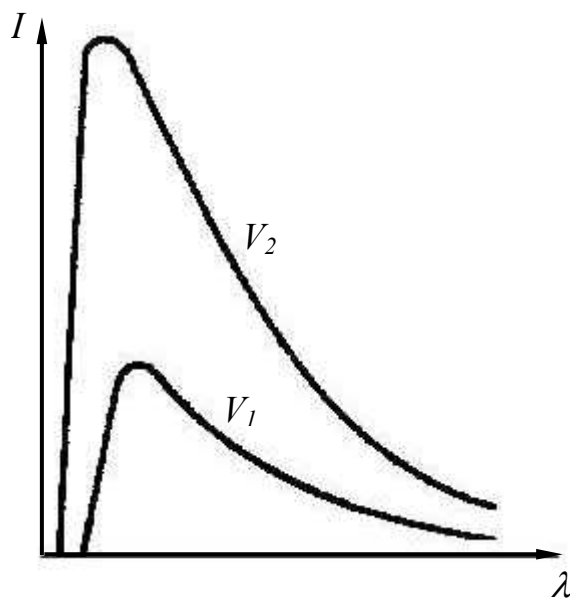


Рис. 1. Сплошной спектр рентгеновского излучения; напряжение на трубке $V_2 > V_1$

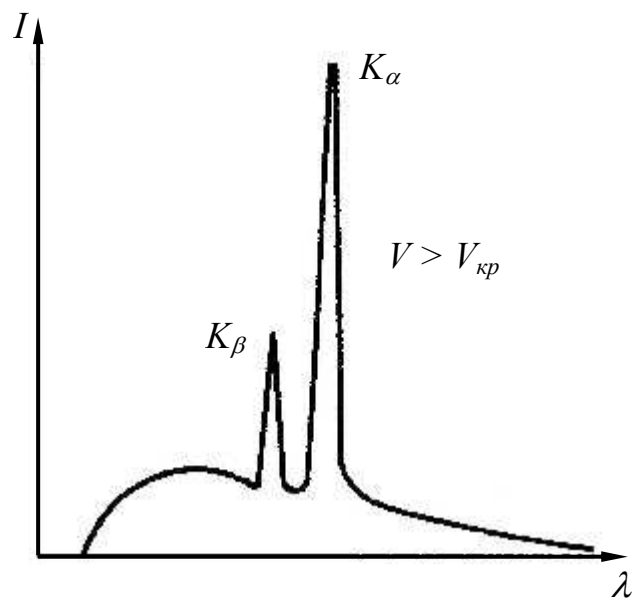


Рис. 2. Характеристический спектр рентгеновского излучения на фоне сплошного

величины поглощения излучения веществом окошек, через которые рентгеновские лучи выходят из трубки.

Следует отметить, что кпд рентгеновской трубки очень невысок. В энергию рентгеновского излучения переходит менее 1% затраченной энергии. Энергия электронов переходит, главным образом, в тепловую энергию. Поэтому анод рентгеновской трубки необходимо хорошо и бесперебойно охлаждать.

Кроме описанного выше процесса торможения электронов, возможен и другой механизм взаимодействия катодных лучей с веществом анода рентгеновской трубки. Атомы анода, поглощая энергию, могут возбуждаться, электроны с внутренних оболочек – вырваться за пределы атома или переходить на внешние незаполненные орбиты. Но состояние возбуждения неустойчиво, и атом будет стремиться вернуться в исходное положение. При переходе

атома в нормальное, невозбужденное состояние испускается **характеристическое излучение**, длина волны которого определяется условием Бора

$$E_N - E_K = h\nu = \frac{hc}{\lambda}, \quad (3)$$

где E_N и E_K – энергия электрона на оболочках N и K , соответственно. Излучение рентгеновского диапазона соответствует переходам электронов на внутренние, более близкие к ядру оболочки: K (излучение K -серии), L (излучение L -серии). Характеристический рентгеновский спектр, как и линейчатый спектр видимого диапазона, состоит, как правило, из нескольких узких линий. Длины волн характеристических рентгеновских линий зависят от вещества, из которого сделан анод рентгеновской трубки. Наиболее часто в этом качестве используются железо, медь, молибден. Характеристический спектр элемента возникает только в том случае, когда напряжение V , приложенное к рентгеновской трубке, превышает некоторую критическую величину $V_{кр}$, при которой скорость, а следовательно, и энергия тормозящегося электрона, достаточны для того, чтобы возбудить атомы вещества анода.

Так как и при напряжениях выше критического нельзя избежать процесса торможения пучка электронов при его столкновении с анодом, получить чисто характеристическое излучение непосредственно из рентгеновской трубки невозможно. В этом случае излучение рентгеновской трубки смешанное (рис. 2). Для выделения монохроматического излучения используются селективно поглощающие фильтры, ослабляющие (но не поглощающие полностью) фон тормозного излучения, равно как и интенсивность неиспользуемых характеристических линий. Сплошной же рентгеновский спектр в чистом виде можно получить при работе рентгеновской трубки на напряжениях ниже критического.

2. Кристаллы

Кристалл – это анизотропное однородное твердое тело, характеризующееся строго определенным трехмерно-периодическим порядком в расположении образующих его частиц (атомов, ионов, молекул). Совокупность таких периодически расположенных частиц (в дальнейшем – атомов) образует периодическую структуру, называемую **кристаллической решеткой**. Точки, в которых расположены сами атомы (отвлекаемся от тепловых колебаний частиц) называются **узлами** кристаллической решетки.

Правильная периодичность строения кристалла позволяет не рассматривать решетку в целом, а характеризовать ее при помощи некоторого элементарного объема – **элементарной ячейки**, отражающей черты всей совокупности таких ячеек, т.е. всей решетки. Элементарной ячейкой кристалла называют параллелепипед, построенный на трех осях координат, начало которых берется в каком-либо узле решетки, а направления совпадают с направлениями выбранных рядов атомов. За длины ребер (a , b , c) элементарной ячейки берутся **периоды повторяемости** (основные **трансляции**), т.е. расстояния между 2-мя структурно эквивалентными атомами. Общепринято в качестве

элементарной ячейки выбирать ячейку с наименьшими величинами a, b, c и с углами между ребрами, наиболее близкими к 90° . В соответствии с формой элементарной ячейки различают семь типов кристаллических систем. Мы будем знакомиться с самой простой – **кубической структурой**; элементарная ячейка в ней имеет форму куба ($a = b = c$).

Очень важным свойством кристаллов является их **симметрия**. Она проявляется как во внутреннем строении, так и во внешней форме. Под симметрией понимается способность кристалла совмещаться с самим собой в результате каких-либо геометрических операций. Следует различать элементы симметрии (геометрические образы: точки, линии, плоскости) и соответствующие им операции симметрии (или симметрические преобразования) – (см. табл. 1).

Таблица 1.

Элементы симметрии	Операции симметрии
Плоскость симметрии	Отражение в плоскости (по законам плоского зеркала)
Ось симметрии n -го порядка ($n = 2\pi/\alpha$)	Поворот (на угол α)
Центр симметрии	Инверсия (отражение в точке)

Перечисленные элементы и операции симметрии ввиду бесконечной протяженности кристаллической решетки являются трансляционными, т.е. могут быть перенесены на величину периода повторяемости (трансляции) и соответствуют целым семействам параллельных плоскостей, определенных направлений в кристалле и т.д., а не просто конкретной плоскости, линии или точке (как в случае симметричной геометрической фигуры).

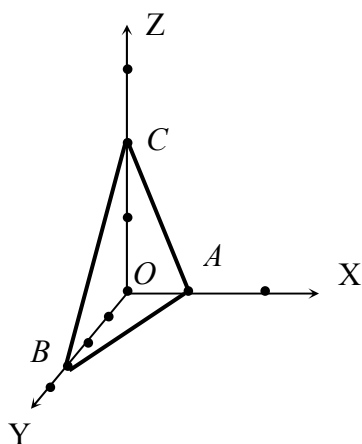


Рис. 3. К понятию кристаллографической плоскости

Существенным для описания строения кристаллов является понятие **кристаллографической плоскости**, т.е. плоскости (геометрический образ), проходящей через узлы пространственной решетки. Положение плоскости может быть задано тремя отрезками OA, OB и OC , отсекаемыми этой плоскостью на осях координат, построенных на векторах a, b, c вдоль ребер элементарной ячейки (см. рис. 3). Эти отрезки принято измерять в периодах повторяемости по соответствующим осям: $\frac{OA}{a}, \frac{OB}{b}, \frac{OC}{c}$.

Для определения плоскости в кристаллографии принято брать величины, обратные этим отрезкам; при этом дробные величины приводятся к общему знаменателю, а плоскость характеризуется тремя

числителями. Они называются **миллеровскими индексами**, обозначаются буквами h, k, l и записываются в круглых скобках, без запятых, например, “плоскость (hkl) ”. Миллеровские индексы, как правило, – небольшие целые числа.

Рассмотрим пример. Плоскость, представленная на рис. 3, отсекает по осям отрезки: $\frac{OA}{a} = 1, \frac{OB}{b} = 3, \frac{OC}{c} = 2$. Обратные им значения: $1, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}$, или, приведенные к общему знаменателю: $\frac{6}{6}, \frac{2}{6}, \frac{3}{6}$. Отбрасываем знаменатель и получаем миллеровские индексы рассматриваемой плоскости в виде (623) .

Если плоскость параллельна какой-либо оси (т.е. “пересекает” ее в бесконечности), то соответствующий миллеровский индекс равен нулю. Если плоскость пересекает какую-либо ось в точке, имеющей отрицательную координату, соответствующий индекс также имеет отрицательное значение (знак “минус” располагают над цифрой).

В структуре кристалла существует множество кристаллографически эквивалентных плоскостей, например, симметричные грани простой формы кристалла (в качестве примера таких простых форм можно назвать пирамиду, призму, тетраэдр, куб и др.). Совокупность таких плоскостей обозначается индексами типичной плоскости, заключенными в фигурные скобки. Так, например, все семейство плоскостей, образующих огранку куба: $(100), (010), (001), (\bar{1}00), (0\bar{1}0), (00\bar{1})$, обозначается $\{100\}$.

Любая система параллельных плоскостей с миллеровскими индексами h, k, l характеризуется **межплоскостным расстоянием d** . Для каждой кристаллографической системы существует соотношение между величиной d и параметрами элементарной ячейки a, b, c . В случае кубической решетки (предмета наших исследований) это соотношение имеет вид

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \sum \frac{h_i^2}{a^2}. \quad (4)$$

3. Дифракция рентгеновских лучей

Самым общим случаем дифракции электромагнитных волн является дифракция в среде с трехмерным распределением неоднородностей. Когда система неоднородностей имеет правильный периодический характер, среда представляет собой пространственную решетку, и дифракционная картина сравнительно легко может быть рассчитана. На практике такую ситуацию мы имеем в случае дифракции рентгеновских лучей в кристаллах.

Рентгеновские лучи, падающие на кристалл, рассеиваются электронами атома. Каждый электрон атома становится источником сферической электромагнитной волны. Частота этих волн равна частоте первичного рентгеновского излучения, их вызвавшего (т.к. колебания электронов являются вынужденными колебаниями). Таким образом, после встречи, скажем, плоской рентгеновской волны с атомами кристалла в пространство посылаются вто-

ричные волны уже во всех направлениях, атомы «рассеивают» упавшее на них рентгеновское излучение. Волны, рассеянные различными атомами, интерферируют между собой, в результате чего в одних направлениях они гасят друг друга, а в других усиливают. Для данной задачи нет надобности в полном анализе явления рассеяния рентгеновских лучей решеткой кристалла, нас интересуют лишь условия, при которых получаются дифракционные максимумы.

3а. Метод Лауэ

Атомы (или ионы) в кристалле образуют трехмерную решетку, причем периоды ее сравнимы с длинами волн рентгеновских лучей. Рассмотрим для простоты дифракционный эффект сначала на атомном ряде (рис. 4). Будем считать, что атомы не совершают тепловых колебаний, а все электроны атома сосредоточены в одной точке. Пусть монохроматический пучок (плоская волна) рентгеновских лучей с длиной волны λ падает под углом α_0 (угол скольжения) на ряд атомов, расположенных на прямой линии через одинаковые промежутки a . Под воздействием падающего рентгеновского излучения каждый атом ряда становится источником сферических волн.

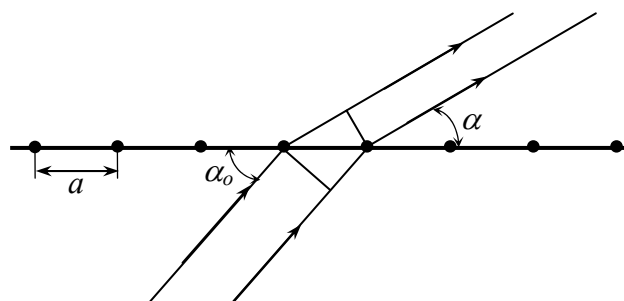


Рис. 4. К выводу уравнения Лауэ для одномерной дифракционной структуры

Разность хода лучей, рассеянных двумя соседними атомами в произвольном направлении (зададим это направление углом скольжения α) будет определяться как $a \cdot \cos \alpha - a \cdot \cos \alpha_0 = a(\cos \alpha - \cos \alpha_0)$. Интерферирующие волны, складываясь, будут усиливать друг друга в случае, если разность хода будет равна целому числу длин волн. Следовательно, условие возникновения максимума интерференции выполняется для углов рассеяния α , подчиняющихся соотношению

Разность хода лучей, рассеянных двумя соседними атомами в произвольном направлении (зададим это направление углом скольжения α) будет определяться как $a \cdot \cos \alpha - a \cdot \cos \alpha_0 = a(\cos \alpha - \cos \alpha_0)$. Интерферирующие волны, складываясь, будут усиливать друг друга в случае, если разность хода будет равна целому числу длин волн. Следовательно, условие возникновения максимума интерференции выполняется для углов рассеяния α , подчиняющихся соотношению

$$a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) = H\lambda, \quad (5)$$

где H – целое число. Равенство (5) представляет собой уравнение образующей круглого конуса, осью которого является ряд атомов с расстоянием a , а угол полураствора конуса равен α . Для каждого значения $H = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3$ и т.д. имеется свой конус, по направлениям образующей которого будут получаться максимумы интерференции. Таким образом, каждому углу падения первичного пучка рентгеновских лучей (в рассматриваемом случае – углу α_0) соответствует целый ряд коаксиальных дифракционных конусов с различными углами полураствора α_i , окружающих атомный ряд, причем каждый конус соответствует своему определенному значению $H_i = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$ (см. рис. 5).

Если бы в действительности можно было осуществить такой атомный ряд и зарегистрировать дифракционную картину на фотопластинке, то мы увидели бы на ней семейство линий второго порядка – следов пересечения ди-

фракционных конусов с плоскостью пластинки. При параллельности пластинки атомному ряду следами пересечения с ней дифракционных конусов были бы гиперболы. При расположении пластинки перпендикулярно атомному ряду на ней получилось бы семейство концентрических окружностей.

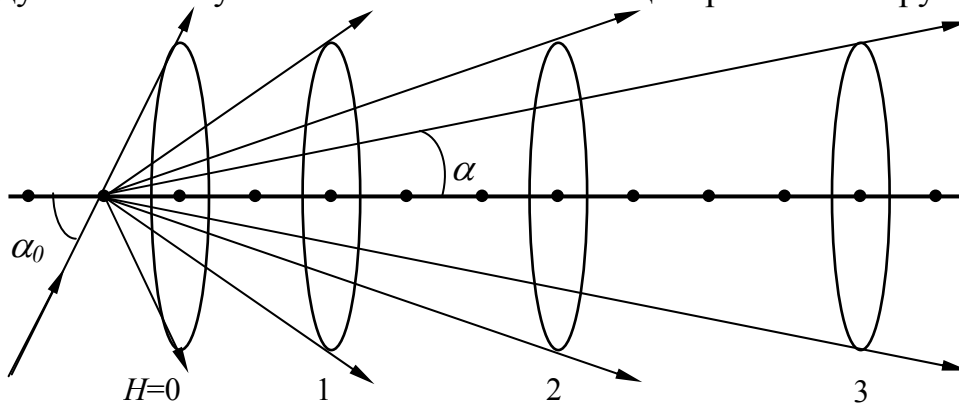


Рис. 5. Схематическое изображение хода лучей при дифракции на атомном ряду

Переходя последовательно от атомного ряда (период a , угол падения α_0) к плоской атомной сетке (периоды a и b , углы α_0 и β_0), а затем к трехмерной атомной решетке (a, b, c ; $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$), немецкий физик **Лауэ** сформулировал условия возникновения дифракционных максимумов при прохождении рентгеновских лучей через кристаллы:

$$\begin{aligned} a (\cos \alpha - \cos \alpha_0) &= H\lambda, \\ b (\cos \beta - \cos \beta_0) &= K\lambda, \\ c (\cos \gamma - \cos \gamma_0) &= L\lambda. \end{aligned} \quad (6)$$

Одновременное выполнение равенств (6) означает, что дифракционные максимумы от трехмерной решетки (т.е. кристалла, точнее – монокристалла) будут наблюдаться только в направлениях пересечения по одной линии трех конусов с некопланарными осями a, b, c . В случае постоянной длины волны λ (монохроматическое излучение) пересечение конусов по одной линии возможно только при специальном подборе углов раствора конусов, т.е. при соответствующем угле падения первичного пучка рентгеновских лучей на кристалл. Этого можно добиться, например, вращая или покачивая монокристалл, т.е. изменяя углы падения. При неподвижном кристалле, постоянном направлении первичного пучка и монохроматическом излучении дифракционная картина может или вовсе не наблюдаться, или состоять из очень малого числа максимумов. Чтобы получить полную дифракционную картину при стационарном положении монокристалла пользуются рентгеновским излучением сплошного спектра. В этом случае всегда найдутся такие длины волн, которые обеспечат возможность пересечения по одной линии трех конусов разных систем.

К трем уравнениям Лауэ (6) необходимо добавить четвертое, связывающее углы дифракции, т.к. направления осей атомных рядов в кристалле не являются независимыми. Для ортогональной кристаллической решетки (в том числе – кубической) это четвертое условие имеет следующий вид:

$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1. \quad (7)$$

Математические законы утверждают, что система 4-х уравнений имеет определенное (единственное) решение при наличии 4-х переменных; т.е. и с этой, математической, точки зрения, для получения реальной дифракционной картины к трем переменным – углам α , β , γ , следует добавить четвертую, в данном случае – λ , что на практике означает использование «белого» рентгеновского излучения.

36. Подход Вульфа–Брэггов

Для описания явления дифракции рентгеновских лучей в кристаллах русским ученым **Ю.В.Вульфом** и английскими физиками **Брэггами** осуществлен иной подход. Они показали, что дифрагированный рентгеновский пучок можно рассматривать как результат отражения падающего пучка от некоторой системы параллельных кристаллографических плоскостей. Отраженные по законам зеркального отражения лучи будут интерферировать между собой и в зависимости от разности хода гасить или усиливать друг друга.

Рассмотрим рис. 6. На систему параллельных плоскостей P_0P_0 , P_1P_1 и т.д.

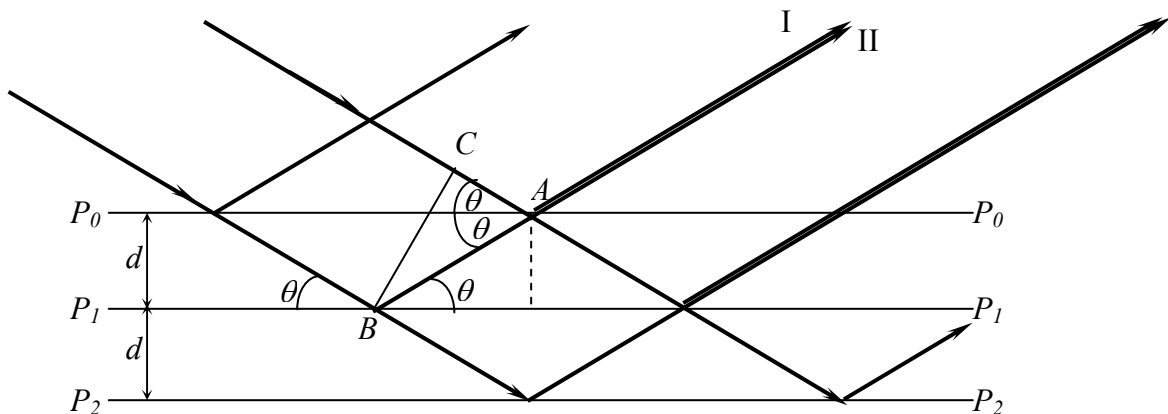


Рис. 6. Избирательное отражение рентгеновских лучей от системы кристаллографических плоскостей

с межплоскостным расстоянием d под углом θ (угол скольжения) падает пучок рентгеновских лучей. Из рисунка видно, что разность хода отраженных лучей (например, лучей I и II) $\Delta l = AB - AC$; при этом $AB = \frac{d}{\sin \theta}$;

$$AC = AB \cdot \cos 2\theta = \frac{d}{\sin \theta} \cdot \cos 2\theta; \text{ тогда } \Delta l = AB - AC = \frac{d}{\sin \theta} \cdot (1 - \cos 2\theta) = 2d \cdot \sin \theta.$$

Отраженные лучи усилят друг друга, если их разность хода будет кратна длине волны, т.е.

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda, \quad (8)$$

n – целое число, называемое порядком отражения.

Объяснение явления дифракции рентгеновских лучей, предложенное Вульфом и Брэггами, называют **избирательным (селективным) отражени-**

ем. Рентгеновский луч встречает на своем пути в кристалле множество семейств различных плоскостей (разные d_j и θ_j) и от каждой (по законам физики) претерпевает отражение. Но из всей совокупности отраженных лучей лишь те, которые приобретают разность хода, кратную длине волны рентгеновского излучения, т.е. соответствующую условию Вульфа-Брэггов (8), усиливают друг друга. При всех других случаях отражения лучи ослабляют или вовсе гасят друг друга, т.е. этих отражений как будто бы и не возникает. Это можно рассматривать так, как будто рентгеновский луч сам “избрал” подходящие плоскости для отражения.

Как указывалось выше в разделе **Кристаллы**, система кристаллографических плоскостей задается миллеровскими индексами h, k, l , с которыми связано и межплоскостное расстояние d [см. формулу (4)]. Ниже будет показано, что целочисленные коэффициенты H, K, L уравнений Лауэ (индексы интерференции) совпадают с индексами h, k, l отражающей плоскости с точностью до общего множителя n – порядка отражения. Этот факт можно рассматривать как обоснование геометрической эквивалентности уравнений Лауэ (6) и Вульфа-Брэггов (8).

Итак, из сказанного выше ясно, что если пучок рентгеновских лучей направить на кристалл, то в пространстве вокруг кристалла можно обнаружить закономерную интерференционную картину, которую сравнительно легко зарегистрировать, например, на рентгеновской пленке, помещенной на небольшом (порядка нескольких сантиметров) расстоянии от кристалла. По полученной на рентгенограмме дифракционной картине можно определять как строение кристаллической решетки, так и, зная закономерности расположения атомов в кристалле, решать чисто оптические задачи, например, определять длины волн рентгеновского излучения.

Экспериментальная часть

В данной работе поставлены следующие задачи: получение рентгенограммы от монокристалла с кубической структурой; расчет зафиксированной на пленке дифракционной картины, называемой в данном случае лауэграммой; получение некоторых данных о симметрии кристаллической решетки исследуемого образца; определение длин волн рентгеновского излучения, участвующих в формировании определенных дифракционных пятен.

1. Особенности эксперимента

Работа выполняется на рентгеновском аппарате УРС-70. Основными его частями являются: рентгеновская трубка, описанная выше; кенотрон, назначение которого – пропускать на трубку ток только одного направления; высоковольтный трансформатор; трансформаторы накала трубки и кенотрона. Регулирующие устройства для управления работой установки и измерительные приборы смонтированы в пульте управления. Включение рентгеновского аппарата производится дежурным лаборантом. Как обсуждалось выше, при работе с **монокристаллом** установка работает в режиме получения

сплошного спектра рентгеновского излучения.

Для получения лауэграммы в данной работе применяется камера РКСО,

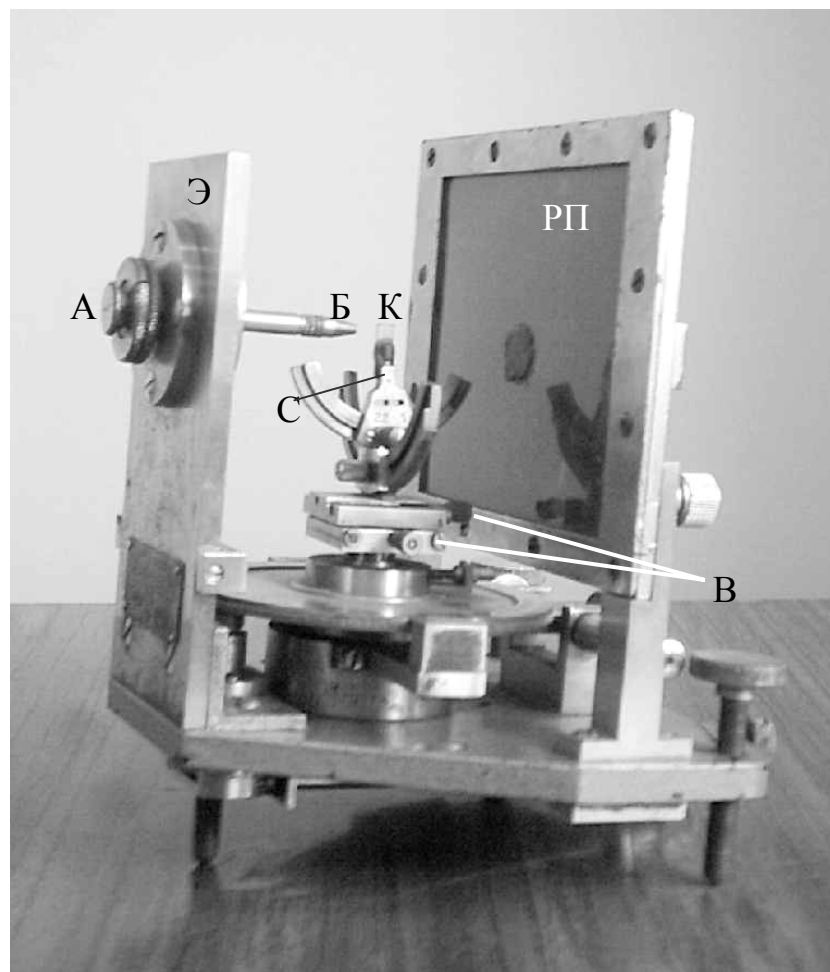


Рис. 7. Рентгеновская камера РКСО для снятия лауэграмм

изображение которой приведено на рис. 7. Первичный пучок рентгеновских лучей проходит через коллиматор *АБ*, предназначенный для вырезания узкого параллельного пучка рентгеновских лучей, и попадает на кристалл *К*. Металлический экран *Э*, в который вставлен коллиматор, защищает кристалл и пленку от излишнего рентгеновского облучения. Кристалл укрепляется в специальном держателе (гонометрической головке), позволяющем осуществлять точную центрировку и юстировку (угловую установку) кристалла. На определенном расстоянии от кристалла помещается кассета с рентгеновской пленкой *РП*, плоскость которой перпендикулярна первичному пучку. На передней поверхности кассеты в ее центральной части наклеена тонкая фигурная пластинка свинца, дающая тень на снимке и служащая для ослабления первичного пучка рентгеновских лучей.

Камера в целом собрана таким образом, что правильность взаимного расположения отдельных ее частей обеспечивается с большой точностью, поэтому разрешается вращать только те винты, которые служат для установки кристалла. Все винты, имеющие головки со шлицами для отвертки, предна-

значены для сборки и юстировки камеры, поэтому трогать их запрещается.

В данной задаче исследуемым образцом является один из монокристаллов кубической системы: $NaCl$, LiF , KCl и т.п. Такие кристаллы откальваются по плоскостям куба и имеют форму прямоугольного параллелепипеда. Образец прикреплен воском или пластилином к столику C гониометрической головки. Кристалл центрируется вращением винтов B таким образом, чтобы первичный луч, выходящий из коллиматора, проходил через центры всех четырех граней. В рабочем положении кристалл должен быть обращен широкой гранью к коллиматору. Далее перемещением образца по дугам гониометрической головки устанавливают его таким образом, чтобы длинные ребра кристалла были параллельны оси вращения головки.

Произведя установку образца, необходимо поместить пленку в кассету. Эта операция производится в фотокабине при красном свете. Далее камера с вставленной кассетой под наблюдением дежурного лаборанта ставится к рентгеновской трубке.

После экспонирования пучком рентгеновских лучей пленка проявляется и сушится.

2. Работа с рентгенограммой

Необходимо внимательно рассмотреть полученную лауэграмму и попытаться увидеть симметричность в расположении дифракционных пятен, т.е. выявить элементы симметрии кристаллической решетки, проявившиеся в рентгенограмме. Зафиксировать это в отчете как один из результатов работы.

Если установка образца произведена в соответствии с данными в предыдущем пункте рекомендациями, первичный рентгеновский луч пройдет в кристалле с кубической решеткой вдоль оси симметрии 4-го порядка. Лауэграмма отобразит симметрию этого направления в кристалле: при повороте пленки на 90° вокруг нормали к плоскости снимка, проходящей через центральное пятно (след прошедшего через кристалл первичного пучка), вид дифракционной картины, т.е. характер расположения пятен, не изменится. При выбранной установке кристалла плоскость, перпендикулярная оси гониометрической головки, и плоскость, содержащая эту ось и направление первичного пучка, являются плоскостями симметрии кристалла, поэтому верхняя и нижняя, а также правая и левая части лауэграммы должны быть симметричны.

В общем случае, по типу симметрии расположения дифракционных пятен на лауэграмме можно провести точную установку кристалла, а также определить наличие элементов симметрии в исследуемом (допустим, новом) кристалле.

2а. Определение индексов интерференций

При заданном расположении кристалла, первичного пучка и рентгеновской пленки целесообразно выбрать систему координат, оси которой (правая тройка векторов) совпадают с кристаллографическими осями кубической

решетки. Пусть оси XYZ направлены, как показано на рис. 8. При этом первичный рентгеновский луч будет сориентирован таким образом, что $\alpha_0 = \beta_0 = 90^\circ$, $\gamma_0 = 180^\circ$; тогда $\cos\alpha_0 = \cos\beta_0 = 0$; $\cos\gamma_0 = -1$. В этом случае условия Лауэ (6) (см. **Введение**) записываются следующим образом:

$$\begin{aligned} a\cos\alpha &= H\lambda, \\ a\cos\beta &= K\lambda, \\ a(\cos\gamma + 1) &= L\lambda. \end{aligned} \quad (9)$$

При этом $H:K:L = \cos\alpha : \cos\beta : (\cos\gamma + 1)$. (10)

Положение пятна P_i на лауэграмме (см. рис. 8) определяется направлением дифрагированного луча KP_i (т.е. углами α , β , γ) и положением пленки относительно образца. Зная параметр элементарной ячейки a изучаемого кристалла и определив значения $\cos\alpha$, $\cos\beta$ и $\cos\gamma$ для конкретного пятна, мы получаем возможность определить индексы интерференции HKL и миллеровские индексы отражающих плоскостей (hkl) , совпадающие, как уже отмечалось выше, с величинами HKL с точностью до множителя n – порядка отражения; а также длины волн λ_j рентгеновских лучей, участвующих в формировании пятна на рентгенограмме.

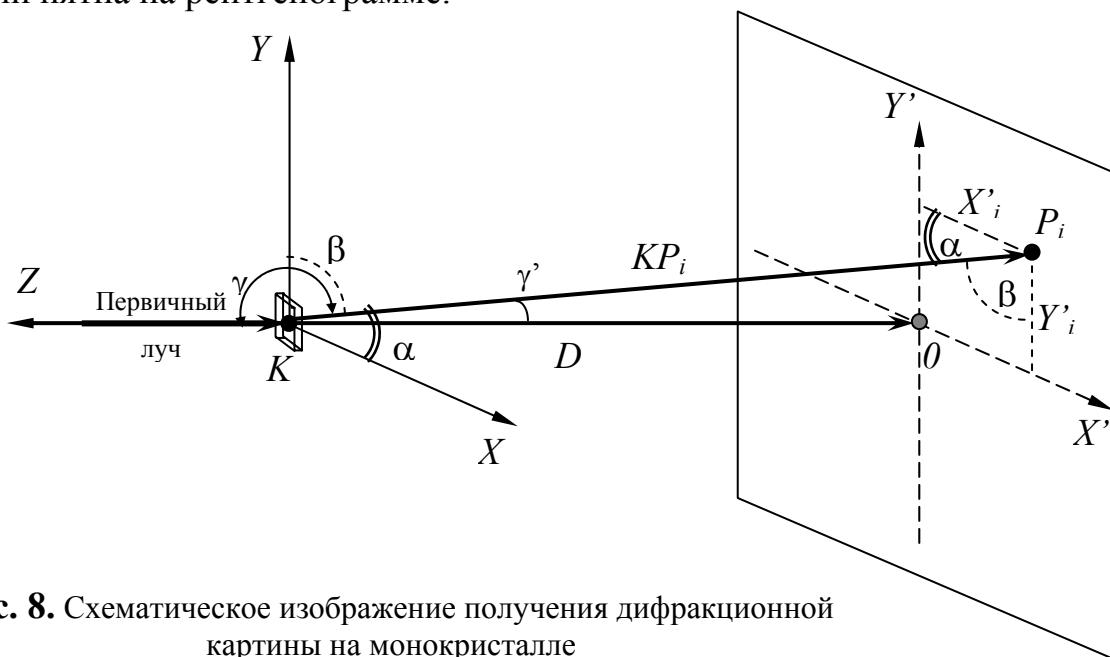


Рис. 8. Схематическое изображение получения дифракционной картины на монокристалле

Интерференционное пятно P_i (рис. 8) может быть задано тремя числами: координатами X'_i , Y'_i (в системе координат с осями X' и Y' , проходящими через центральное пятно лауэграммы вдоль осей симметрии картинке на пленке) и величиной D (где D – расстояние от кристалла K до центрального пятна пленки O , фиксированное и равное для используемой камеры **40 мм**). Искомые значения косинусов углов α , β и γ определяются, как можно видеть из рис. 8, соотношениями:

$$\cos\alpha = \frac{X'_i}{KP_i}; \quad \cos\beta = \frac{Y'_i}{KP_i}; \quad \cos\gamma = \cos(180^\circ - \gamma') = -\cos\gamma' = -\frac{D}{KP_i}. \quad (11)$$

KP_i – расстояние от кристалла K до интерференционного пятна P_i – рассчитывается следующим образом (рис. 8):

$$KP_i = \sqrt{(X_i')^2 + (Y_i')^2 + D^2} . \quad (12)$$

Из (10) и (11) следует, что

$$H:K:L = X_i' : Y_i' : (KP_i - D) \quad (13)$$

26. Индексы отражающих плоскостей

Покажем, что, рассматривая дифракцию рентгеновских лучей как избирательное отражение (подход Вульфа – Брэггов), получим индексы отражающих плоскостей (hkl) совпадающими, с точностью до порядка отражения n , с полученными выше индексами интерференций HKL в уравнениях Лауэ.

Рассмотрим рис. 9. Геометрия расположения кристалла и рентгеновской пленки такая же, как и на рис. 8. Здесь представлена система плоскостей: 1) плоскость $ПП$, отражением от которой образовано пятно P_i (она содержит отрезки $КС$ и $АВ$); 2) плоскость падения (в ней лежат падающий рентгеновский луч LK , его продолжение $КО$ и дифрагированный луч KP_i); 3) плоскость рентгеновской пленки. По законам отражения плоскость $ПП$ и плоскость падения – взаимно перпендикулярны. По условиям эксперимента, плоскость падения перпендикулярна плоскости рентгеновской пленки.

Для идентификации отражающей плоскости $ПП$ необходимо ввести систему координат (см. раздел **Кристаллы**): ее оси должны быть параллельны ребрам элементарной ячейки, а начало может быть выбрано произвольно. Для решаемой нами задачи целесообразно выбрать систему координат XYZ с началом в точке пересечения первичного пучка с рентгеновской пленкой – точке O (см. рис. 9).

Рассматриваемое пятно имеет координаты $X_i, Y_i, 0$. Плоскость $ПП$ отсекает на осях координат отрезки OA, OB и $OK = D$. По определению кристаллографической плоскости её миллеровские индексы определяются как

$$h : k : l = \frac{a}{OA} : \frac{a}{OB} : \frac{a}{D} = \frac{1}{OA} : \frac{1}{OB} : \frac{1}{D} . \quad (14)$$

Величины отрезков OA и OB выразим через параметры X_i, Y_i и KP_i .

На рис. 9 использованы следующие обозначения: θ – угол скольжения падающего и отраженного лучей; $КС$ – линия пересечения отражающей плоскости с плоскостью падения; по линии $АВ$ плоскость падения пересекается с плоскостью пленки; OP_i – линия пересечения плоскости падения с рентгеновской пленкой. Отрезки OP_i и $АВ$ лежат в плоскости пленки и взаимно перпендикулярны в силу перпендикулярности плоскостей падения и отражения.

Рассмотрим треугольник KP_iO , лежащий в плоскости падения:

$$\text{угол } KOP_i \text{ – прямой; } OK = D; \quad OP_i = \sqrt{X_i^2 + Y_i^2}$$

$$\text{tg } 2\theta = \frac{OP_i}{D}, \quad \text{tg } \theta = \frac{OC}{D},$$

$$\cos 2\theta = \frac{D}{KP_i}, \quad \sin 2\theta = \frac{OP_i}{KP_i}.$$

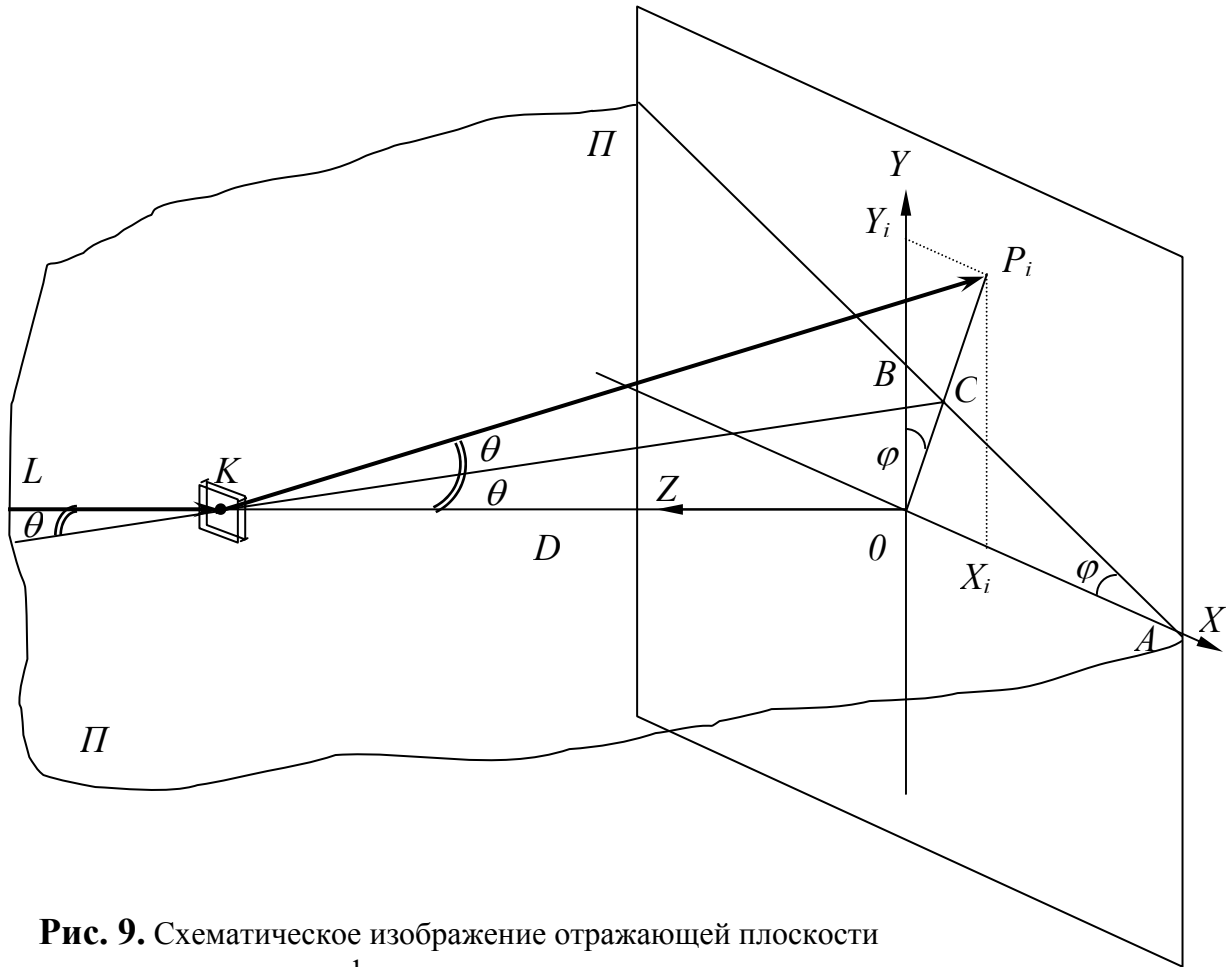


Рис. 9. Схематическое изображение отражающей плоскости в опыте дифракции на монокристалле

Из тригонометрии

$$\begin{aligned} \operatorname{tg} \theta &= \frac{1 - \cos 2\theta}{\sin 2\theta} = \frac{KP_i - D}{OP_i} = \frac{KP_i - D}{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}; \\ \text{т.о. } \frac{OC}{D} &= \operatorname{tg} \theta = \frac{KP_i - D}{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}, \quad \text{т.е. } OC = D \frac{KP_i - D}{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}. \end{aligned} \quad (15)$$

Теперь рассмотрим треугольник OAB в плоскости рентгеновской пленки: угол AOB – прямой; отрезок OC , как часть отрезка OP_i , перпендикулярен отрезку AB . Согласно теоремам о свойствах прямоугольных треугольников, углы CAO и COB равны (обозначим их φ); тогда

$$\sin \varphi = \frac{OC}{OA}, \quad \text{откуда } OA = \frac{OC}{\sin \varphi}; \quad \cos \varphi = \frac{OC}{OB}, \quad \text{откуда } OB = \frac{OC}{\cos \varphi}. \quad (16)$$

Из треугольника OP_iY_i

$$\sin \varphi = \frac{X_i}{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}; \quad \cos \varphi = \frac{Y_i}{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}} \quad (17)$$

Объединяя формулы (16) и (17), получаем

$$OA = OC \frac{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}{X_i}; \quad OB = OC \cdot \frac{\sqrt{X_i^2 + Y_i^2}}{Y_i}. \quad (18)$$

Используя соотношение (15), перепишем формулы (18) следующим образом:

$$OA = D \cdot \frac{KP_i - D}{X_i}; \quad OB = D \cdot \frac{KP_i - D}{Y_i}. \quad (19)$$

Обращаемся к формуле (14):

$$h : k : l = \frac{1}{OA} : \frac{1}{OB} : \frac{1}{D} = \frac{X_i}{D(KP_i - D)} : \frac{Y_i}{D(KP_i - D)} : \frac{1}{D}$$

$$h : k : l = X_i : Y_i : (KP_i - D). \quad (20)$$

Правая часть соотношения (20) полностью совпадает с правой частью формулы (13), следовательно, совпадают и левые части этих выражений, т.е.

$$h : k : l = H : K : L.$$

Это дает основание считать, что оба подхода к описанию дифракции рентгеновских лучей (подход Лауэ и подход Вульфа-Брэггов) равноправны.

2в. Промер и расчет лауэграммы

Провести оси координат X' и Y' на пленке, как описано выше и указано на рис. 10–11. В одном из квадрантов рентгенограммы отметить 2–3 пятна, подлежащих измерению; отыскать в других квадрантах пятна, соответствующие каждому из отмеченных, и также пометить их. Идентичные пятна отличаются друг от друга либо знаками координат X' , Y' , либо перестановкой их моду-

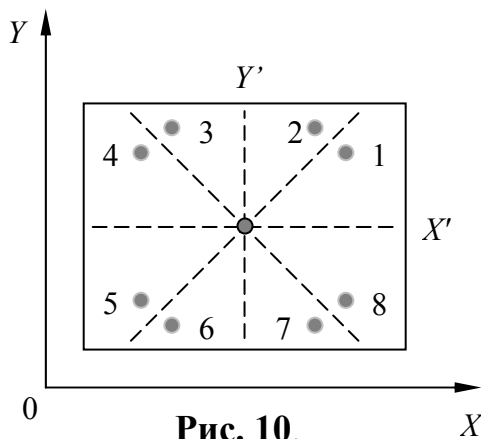


Рис. 10.
Серия из 8 пятен

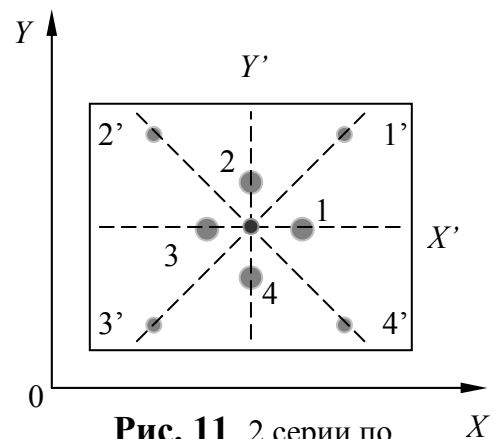


Рис. 11. 2 серии по
4 пятна: 1–4 и 1'–4'

лей $|X'|$, $|Y'|$ и образуют серию пятен, связанных друг с другом преобразованиями симметрии данной рентгенограммы. Для лауэграммы, снятой при прохождении первичного пучка рентгеновских лучей вдоль оси симметрии 4-го порядка в кристалле, в каждой серии должно быть либо 8 пятен (рис. 10), либо 4 пятна (если пятна расположены на осях симметрии картинке) (рис. 11).

С помощью компаратора СТЛ (описание его выдается в лаборатории) определить координаты X , Y отмеченных пятен и координаты X_0 , Y_0 центрального пятна (с точностью до 0,1 мм) в системе координат компаратора. Занести их значения в заранее подготовленную таблицу 2.

Далее рассчитать координаты пятен в системе координат пленки: $X'_i = X_i - X_0$, $Y'_i = Y_i - Y_0$; величины $KP_i = \sqrt{(X'_i)^2 + (Y'_i)^2 + D^2}$, $(KP_i - D)$ и также занести их в таблицу 2.

Таблица 2.

Координаты центрального пятна: $X_0 =$, $Y_0 =$.										
№ серии	№ пятна	X, мм	Y, мм	X'	Y'	KP _i	KP _i -D	(hkl)	{hkl}	HKL
1	1									
	·									
	·									
	4									
2	1									
	·									
	·									
	8									

Округляя до целочисленных значений величины X'_i , Y'_i и $(KP_i - D)$ для каждого пятна, найти их наибольший общий делитель и определить **набор миллеровских индексов** плоскостей отражения $(hkl)_i$. Результаты занести в таблицу 2.

Для пятен одной серии миллеровские индексы (как и координаты) могут отличаться лишь знаками и перестановкой значений h и k . Отражающие плоскости, участвующие в формировании пятен одной серии, кристаллографически эквивалентны и обозначаются, как указывалось выше, символом $\{hkl\}$.

Для определения **индексов интерференции HKL** необходимо учесть следующее. В данной задаче исследуются кристаллы с гранцентрированной кубической решеткой. Можно показать, что для таких кристаллов индексы интерференции должны быть несмешанными, т.е. быть либо все четными, либо все – нечетными. Поэтому HKL либо совпадают с hkl (в случае одинаковой четности последних), либо в 2 раза превышают их (в случае смешанной четности hkl).

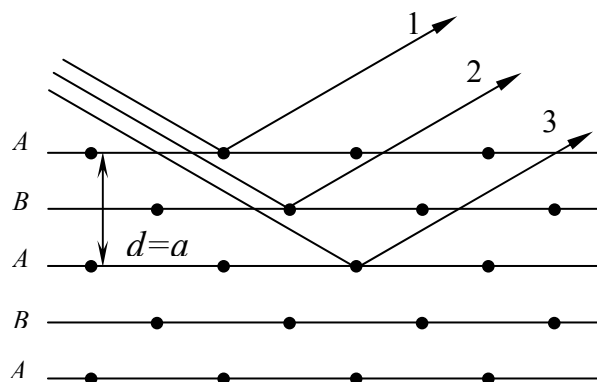


Рис. 12. Отражение рентгеновских лучей от кристаллографических плоскостей типа (100) гранцентрированной решетки

Поясним это на следующем примере. Рассмотрим рис. 12. Плоскости A , параллельные граням элементарного куба в гранцентрированной решетке с межплоскостным расстоянием $d = a$, имеют набор миллеровских индексов

Поясним это на следующем примере. Рассмотрим рис. 12. Плоскости A , параллельные граням элементарного куба в гранцентрированной решетке с межплоскостным расстоянием $d = a$, имеют набор миллеровских индексов

смешанной четности: (100). Атомы, находящиеся в центрах граней кубов, соответствуют дополнительным плоскостям B , вставленным между основными A , образованными атомами, находящимися в узлах кубов. Лучи, отраженные в направлении первого дифракционного максимума дополнительными плоскостями B , находятся в противофазе с лучами, отраженными от основных плоскостей A , и отражение гаснет. Действительно, если разность хода лучей 1 и 3 $\Delta(1,3) = \lambda$, то $\Delta(1,2) = \Delta(2,3) = \lambda/2$. Отражение от такого семейства параллельных плоскостей может произойти лишь под другим углом, когда разность хода $\Delta(1,3)$ составит величину 2λ , а $\Delta(1,2) = \Delta(2,3) = \lambda$. Это соответствует тому, что индексы интерференции в условиях Лауэ увеличиваются вдвое:

$$a(\cos\alpha - \cos\alpha_0) = h \cdot 2\lambda = H\lambda$$

.....
и т.д.,

т.е. $H = 2h$, $K = 2k$, $L = 2l$. В нашем примере: миллеровские индексы отражающих плоскостей – (100) – смешанной четности, а индексы интерференции – 200 – все четные числа.

Учитывая вышесказанное, определить индексы интерференции HKL пятен исследуемых серий и занести их значения в таблицу 2.

2г. Определение длин волн рентгеновского излучения

Для получения лауэграммы используется белое рентгеновское излучение. Для расчетов длин волн, участвующих в интерференции, необходимо знать границы рабочей области спектра. Вспомним, что минимальная длина волны определяется величиной напряжения V на рентгеновской трубке (формула (2) Введения):

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} = \frac{12.395}{V}, \quad (21)$$

где λ выражена в \AA , а V – в кВ. Граница спектра со стороны длинных волн определяется поглощением в стекле окошек трубки; для нашей установки $\lambda_{\max} = 2.5 \text{\AA}$.

Каждое пятно на пленке может быть сформировано, в общем случае, интерференцией не одной, а нескольких волн из указанного интервала с разными λ_j , для которых индексы интерференции будут кратными (HKL , $2H2K2L$ и т.д.). Действительно, в уравнениях Лауэ (9) для одного и того же пятна, т.е. неизменной левой части, правую можно варьировать:

$$\begin{aligned} a\cos\alpha_i &= H\lambda, \\ a\cos\alpha_i &= 2H \cdot \lambda/2, \\ &\dots\dots\dots, \\ a\cos\alpha_i &= jH \cdot \lambda/j. \end{aligned}$$

Пятна, относящиеся к одной серии, получаются интерференцией рентгеновских лучей с одними и теми же λ_j .

Заготовить форму таблицы 3. Записать значения λ_{max} , λ_{min} и параметра элементарной ячейки a . Выбрать по 1–2 (или больше – по указанию преподавателя) пятна в каждой из изучаемых серий и произвести расчёт длин волн, участвующих в их формировании. При этом использовать уравнения Лауэ в форме (9). Если один из индексов интерференции HKL равен нулю, уравнение, ему соответствующее, из расчета исключить.

По формулам (11) рассчитать значения косинусов углов для измеряемых пятен; далее, используя формулы (9), найти значения длин волн; полученные данные занести в таблицу 3.

Таблица 3.

		$\lambda_{max} =$	Å ,	$\lambda_{min} =$	Å ,	$a =$	Å		
№ серии	№ пятна	HKL	$\cos \alpha$	$\lambda(\alpha), \text{Å}$	$\cos \beta$	$\lambda(\beta), \text{Å}$	$\cos \gamma$	$\lambda(\gamma), \text{Å}$	$\bar{\lambda};$ $\bar{\lambda}/j,$ Å
1	1								
	2								
2	1								
	2								

Найти среднее значение $\bar{\lambda}$ для **всей серии**. Далее, рассчитать длины волн для интерференций с кратными индексами: $\bar{\lambda}/2$; $\bar{\lambda}/3$; ... $\bar{\lambda}/j$, и также занести их в таблицу 3. При этом следует помнить, что значения $\bar{\lambda}$ для каждой серии пятен не должны превышать λ_{max} , а $\bar{\lambda}/j$ должны быть больше λ_{min} .

3. Итоги работы

Для отчета по задаче необходимо представить лауэграмму с отмеченными сериями пятен, выбранными для расчетов.

В **заключении** по задаче отметить:

- 1) исследуемый кристалл, параметр его элементарной ячейки;
- 2) элементы симметрии изучаемого кристалла, обнаруживаемые по рентгенограмме;
- 3) миллеровские индексы кристаллографически эквивалентных отражающих плоскостей $\{hkl\}$ и индексы интерференции HKL отмеченных серий пятен;
- 4) минимальную длину волны рентгеновского спектра λ_{min} и длины волн рентгеновского излучения, участвующие в отражениях, формирующих изучаемые серии пятен.

Контрольные вопросы

1. Какова природа рентгеновского излучения?
2. В чем различие между белым и характеристическим рентгеновским излучением?
3. Какова связь между проникающей способностью рентгеновских лучей, длиной волны и напряжением на рентгеновской трубке?
4. Что такое пространственная решетка, элементарная ячейка, оси элементарной ячейки в кристаллах?
5. Какие элементы симметрии могут существовать в кристаллах?
6. Что такое кристаллографическая плоскость, миллеровские индексы?
7. Какая физическая модель соответствует лауэвскому выводу закона дифракции рентгеновских лучей?
8. Какая физическая модель соответствует брэгговскому выводу того же закона?
9. Почему при съемке лауэграмм используется белое рентгеновское излучение?
10. Как записать условия Лауэ для используемой в данном случае ориентировки кристалла по отношению к падающему лучу?
11. Как рассчитать лауэграмму?
12. Как можно доказать, что индексы интерференции HKL совпадают с индексами отражающей плоскости hkl ?
13. Как определить длины волн рентгеновского излучения, участвующие в формировании дифракционного пятна на лауэграмме?

Литература

Основная:

1. Ландсберг Г.С. Оптика. М.: Физматлит, 2003. §§ 52–55; §§ 114–121.
2. Сивухин Д.В. Общий курс физики, т.IV. Оптика. М.: Физматлит, МФТИ; 2002. § 61.

Дополнительная:

1. Жданов Г.С. и Уманский Я.С. Рентгенография металлов, ч.1. М.-Л.: Металлургиздат, 1941.
2. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н. и Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Metallurgia, 1982. Гл. 5.

Оглавление

Введение	2
1. Рентгеновское излучение	2
2. Кристаллы	4
3. Дифракция рентгеновских лучей.....	6
3а. Метод Лауэ.....	7
3б. Подход Вульфа-Брэггов	9
Экспериментальная часть.....	10
1. Особенности эксперимента.....	10
2. Работа с рентгенограммой.....	12
2а. Определение индексов интерференций	12
2б. Индексы отражающих плоскостей.....	14
2в. Промер и расчет лауэграммы.....	16
2г. Определение длин волн рентгеновского излучения	18
3. Итоги работы	19
Контрольные вопросы	20
Литература	20