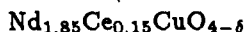


**НАБЛЮДЕНИЕ СТОЯЧИХ РЕНТГЕНОВСКИХ ВОЛН ПРИ
БРЭГГОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ НА КРИСТАЛЛЕ ВТСП**

М.В.Ковальчук, А.Я.Крейнес, Ю.А.Осипьян, В.В.Квардаков⁺,
В.А.Соменков⁺*

*Институт кристаллографии им.А.В.Шубникова РАН
117333 Москва, Россия*

**Институт физики твердого тела РАН
142432 Черногловка, Московская обл., Россия*

*⁺ Российский научный центр "Курчатовский институт"
123182 Москва, Россия*

Поступила в редакцию 11 апреля 1997 г.

Измерены кривые выхода вторичной флуоресценции от элементов, входящих в состав ВТСП кристалла $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-\delta}$, в режиме динамической дифракции рентгеновских лучей. Форма кривых свидетельствует о возникновении стоячей рентгеновской волны в кристалле.

PACS: 61.10.Eq, 61.10.Yh, 74.72.Yg

Изучение тонких деталей структуры высокотемпературных сверхпроводников представляет собой весьма интересную физическую задачу. В частности, актуальной является проблема характеристики подрешеток атомов определенного сорта как для выявления дефектов в соответствующей атомной подрешетке, так и с точки зрения анализа предпочтительных позиций атомов разных сортов в твердых растворах замещения. Ответы на эти вопросы может дать метод стоячих рентгеновских волн [1, 2], позволяющий определять позицию (координаты) атомов различных сортов в решетке. Метод стоячих рентгеновских волн основан на использовании пространственно-модулированного электромагнитного поля, возникающего в кристалле при динамической дифракции, для возбуждения вторичного излучения (в частности, флуоресцентного рентгеновского излучения или фотоэлектронов) составляющих кристалл атомов. При этом, анализируя угловую зависимость характеристического вторичного излучения в пределах области динамической дифракции, удается с высокой точностью определить позиции соответствующих атомов относительно системы дифракционных плоскостей и охарактеризовать разупорядоченность атомной подсистемы. Возможности метода стоячих рентгеновских волн, сочетающего структурное (дифракционное) разрешение со спектроскопической чувствительностью, были, в частности, продемонстрированы в [3-5] на примере анализа структуры многокомпонентных кристаллов. Следует отметить, что практическая реализация метода стоячих рентгеновских волн связана со значительными экспериментальными трудностями, поскольку необходимо обеспечить прецизионное угловое позиционирование кристалла в сочетании со спектроскопически чувствительной регистрацией вторичного излучения (то есть здесь имеет место одновременная реализация высокоразрешающего рентгенодифракционного и спектроскопического экспериментов).

Динамическая дифракция рентгеновских лучей может осуществляться только в кристаллах высокого совершенства. В то же время, известно, что обычно высокотемпературные сверхпроводники таковыми не являются – приобретение материалов сверхпроводящих свойств связано с изменением его кислородного состава и сопровождается появлением различных дефектов. Тем не менее, в работах [6, 7] наблюдался динамический эффект аномального прохождения рентгеновских лучей (эффект Бормана) при лауэ-дифракции на кристаллах ВТСП. В связи с этим представляется интересным выяснить, сохраняется ли динамический характер дифракции в таком кристалле при осуществлении отражения по Брэггу. Последнее представляется не вполне очевидным, поскольку приповерхностная область кристалла (где формируются волновые поля при брэгговской дифракции) может быть значительно сильнее насыщена дефектами, чем объем кристалла в целом.

Таким образом, целью настоящей работы было наблюдение динамического характера брэгговской дифракции в кристалле ВТСП $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-\delta}$ по форме кривой выхода вторичной флуоресценции. При наличии динамической дифракции на кривой должны появиться характерные минимум и максимум, отражающие пространственную модуляцию амплитуды электромагнитного поля в объеме кристалла (формирование стоячей рентгеновской волны).

Подробное описание образцов $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-\delta}$ и их свойств приведены в [6, 7]; там же даны топограммы кристаллов, свидетельствующие о наличии в них дефектов и напряжений.

Измерения проводились в двухкристальной схеме с использованием характеристического $\text{MoK}_{\alpha 1}$ излучения (длина волны $\lambda = 0.7093 \text{ \AA}$, энергия $E = 17.4 \text{ кэВ}$). Для монохроматизации падающего пучка использовалось симметричное отражение от идеального кристалла $\text{Si}(220)$; межплоскостное расстояние для этого отражения ($d_{\text{Si}}^{220} = 1.92 \text{ \AA}$) близко к межплоскостному расстоянию для отражения (006) от кристалла ВТСП ($d^{006} = 2.03 \text{ \AA}$), что позволяет проводить измерения в практически бездисперсионной схеме (уширение кривой отражения за счет дисперсии менее 1"). Отсечение линии $\text{K}_{\alpha 2}$ и формирование пучка поперечным сечением $0.1 \times 0.1 \text{ мм}^2$ производилось при помощи щелей. Кристалл ВТСП, имевший ориентацию (001), устанавливался в отражающее положение для симметричного отражения (006). Записывались кривые выхода характеристического флуоресцентного излучения NdL_{α} ($E = 5.229 \text{ кэВ}$) и NdL_{β_1} ($E = 5.721 \text{ кэВ}$), а также CuK_{α} ($E = 8.040 \text{ кэВ}$) и CuK_{β_1} ($E = 8.904 \text{ кэВ}$).

Результаты измерений и теоретических расчетов приведены на рис. 1а и б. На кривых выхода вторичного излучения для обоих элементов видны характерные модуляции, свидетельствующие о возникновении и интерференционном движении стоячей рентгеновской волны. Эти модуляции однозначно указывают на динамический характер дифракции в образце.

Форма кривых выхода флуоресцентного излучения определяется перемещением пучностей стоячей рентгеновской волны при изменении углового положения кристалла относительно падающего пучка в пределах области полного дифракционного отражения. Минимум и максимум на кривых выхода соответствуют различным пространственным положениям пучностей стоячей волны по отношению к атомам (минимум, – когда на атом приходится узел, максимум, – когда пучность). Дополнительное влияние на форму кривой оказывает эффект экстинкции, связанный с уменьшением эффективной глубины проникновения падающего рентгеновского излучения при динамической дифракции.

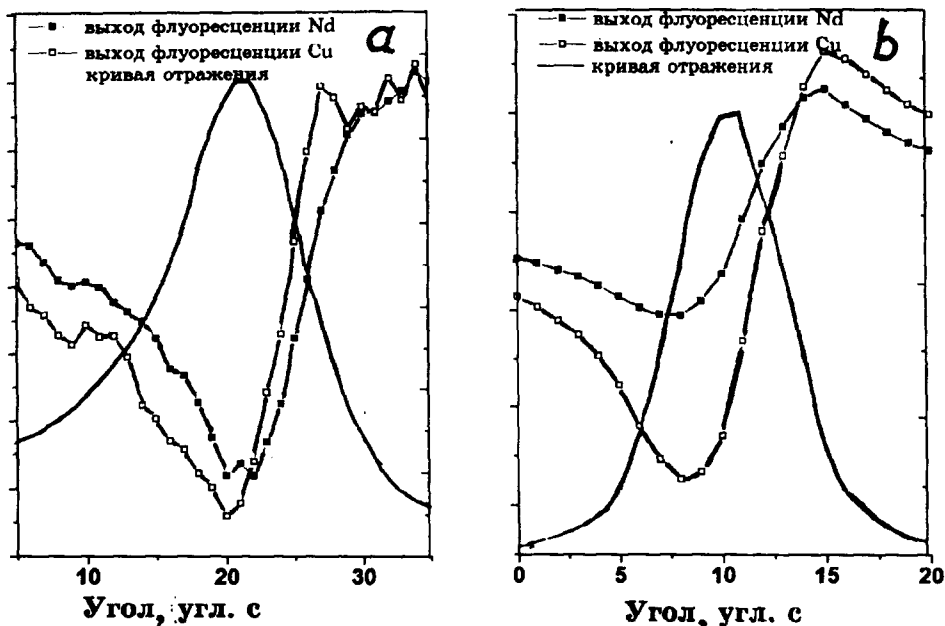


Рис.1. Экспериментальные (а) и теоретические (б) кривые отражения и выхода флуоресцентного излучения от атомов неодима ($L_{\alpha} - L_{\beta_1}$) и меди ($K_{\alpha} - K_{\beta_1}$) в кристаллах ВТСР $Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-\delta}$

Кривые выхода флуоресценции находятся в качественном согласии с результатами расчета, несмотря на то, что измеренная ширина кривой отражения кристалла (примерно 22 угл. с) вдвое превосходит теоретическую. Отметим также, что это различие значительно меньше наблюдавшегося в работе [7], где измеренная ширина лауэ-отражения составляла 1.3 угл.мин, в то время как теоретическая – 17 угл. с. В частности, это может свидетельствовать о том, что либо поверхностные слои образца менее насыщены дефектами, чем глубинные области, либо совершенство кристаллов может значительно меняться от образца к образцу.

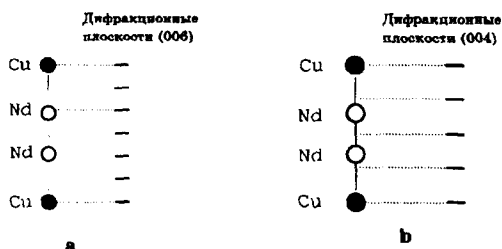


Рис.2. Схематическое изображение относительного расположения атомов неодима и меди в кристалле $Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-\delta}$ в проекции на направление (001) и дифракционных плоскостей для отражения (006) (а) и для отражения (004) (б)

Позиции атомов неодима и меди относительно дифракционных плоскостей для использованного отражения практически одинаковы (см. рис.2а), поэтому кривые выхода флуоресцентного излучения для этих атомов отличаются слабо. Это означает, что пучности и узлы стоячей волны совпадают с атомами обоих

сортов одновременно (фактически, различия между кривыми выхода связаны только с разницей в соотношении между длиной экстинкции и глубиной выхода вторичного излучения для разных элементов). При использовании других отражений, например (004), атомы неодима и меди будут находиться в различных положениях относительно дифракционных плоскостей, а значит, будут различаться и соответствующие кривые выхода вторичного излучения (рис.2b).

Наблюдение динамического характера дифракции рентгеновских лучей указывает на возможность использования метода стоячих рентгеновских волн для изучения структурных особенностей кристаллов ВТСП. Однако невысокое совершенство использованного кристалла, проявляющееся в значительном уширении кривой отражения, существенно затрудняет получение количественных характеристик. Эту трудность можно обойти, используя вместо обычной брэгговской схемы дифракции геометрию нормального падения (как было предложено в [8, 9]), которая легко может быть реализована с использованием непрерывного спектра синхротронного излучения. При обратном рассеянии ширина кривой отражения пропорциональна не χ_{rh} (где χ_{rh} – действительная часть фурье-компоненты поляризуемости для используемого вектора обратной решетки, $\chi_{rh} \sim 10^{-5}$), как при обычной дифракции, а $(\chi_{rh})^{1/2}$, что дает увеличение ширины кривой отражения на порядки; в частности, собственная ширина использовавшегося нами отражения (006) в условиях нормального падения (реализуемых при энергии падающего излучения $E = 3.057$ кэВ) составляет $\sim 1^\circ$. Это обстоятельство дает возможность применять метод стоячих рентгеновских волн для изучения количественных характеристик структуры и дефектов кристаллов невысокой степени совершенства (в частности, соединений ВТСП).

Авторы выражают благодарность С.И.Желудевой за полезные дискуссии в процессе выполнения работы. Работа выполнена в рамках Государственных программ "Актуальные проблемы физики конденсированного состояния" и "Синхротронное излучение. Лучевые применения".

-
1. М.В.Ковальчук, В.Г.Кон, Успехи физ.наук. **29**, 63 (1986).
 2. M.V.Kovalchuk, A.Yu.Kazimirov, and S.I.Zheludeva, Nucl. Instr. Meth **B101**, 435 (1995).
 3. J.Bedzyk, G.Materlik, and M.V.Kovalchuk, Phys. Rev. **B30**, N5, 2453 (1984).
 4. С.И.Желудева, Б.Г.Захаров, М.В.Ковальчук и др., Кристаллография **33**, 1352 (1988).
 5. A.Yu.Kazimirov, M.V.Kovalchuk, A.N.Sosphenov et al., Acta Crystallographica **B48**, 577 (1992).
 6. В.В.Квардаков, В.А.Соменков, Сверхпроводимость: физика, химия, техника **5(3)**, 448 (1992).
 7. В.В.Квардаков, В.А.Соменков, В.Паулус и др., Письма в ЖЭТФ **60**, 711 (1994).
 8. T.Ohta, H.Sekiyama, Y.Kitajima et al., Jpn. J. Appl. Phys. **24**, L475 (1985).
 9. J.C.Woicik, T.Kendelewicz, K.E.Miyano et al., Phys. Rev. Lett. **68**, 3414 (1992).