

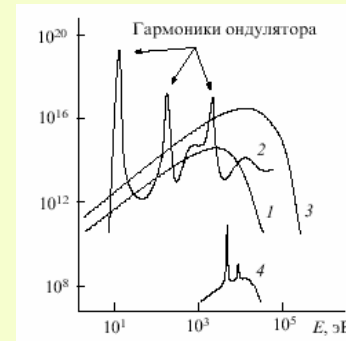
Ю.Л.Словохотов, Я.В.Зубавичус

Обзор рентгеновских инструментальных методов на синхротронном излучении

см. <http://www.ineos.ac.ru/lsip>

Школа пользователей
синхротронного излучения

Уникальные свойства СИ



- Очень высокая интенсивность
- Непрерывный спектр
- Поляризация
- Модулированный пучок
- Частичная когерентность (источники 3-го и 4-го поколения)

Школа пользователей
синхротронного излучения

Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом

- Упругое рассеяние
- Неупругое рассеяние
- Поглощение за счет возбуждения электронов
- Поглощение за счет возбуждения ядер
- Рождение электрон-позитронных пар

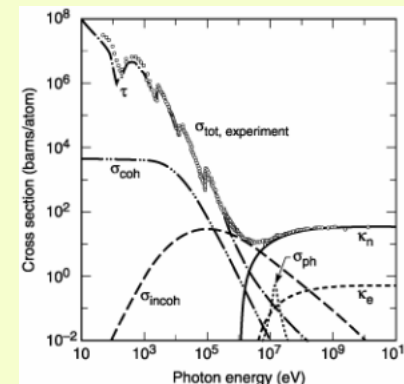
Сечение процесса σ_i [см^2]: отношение частоты событий [1/с] к плотности потока возбуждающих частиц [1/с· см^2].

Для процессов взаимодействия рентгеновских фотонов с веществом используется единица **барн** = 10^{-24} см^2

Школа пользователей
синхротронного излучения

Сечения различных процессов для Pb

J. Kirz, in *X-ray Data Booklet, ALS*, p. 3-4

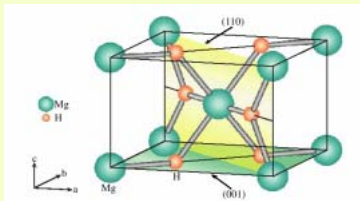


- σ_{tot} - полное сечение взаимодействия
- τ - сечение фотоионизации (электр. поглощения)
- σ_{coh} - сечение упругого рассеяния (томсоновского)
- σ_{incoh} - сечение неупругого рассеяния (комптоновского)
- σ_{ph} - сечение ядерного поглощения
- k_n - сечение создания электрон-позитронных пар на ядрах
- k_e - сечение создания электрон-позитронных пар ($E_\gamma > 1.1 \text{ МэВ}$)

Школа пользователей
синхротронного излучения

Упругое (томсоновское) рассеяние рентгеновского СИ

Монокристаллы с размерами 1-10 мкм
 Прецизионные исследования распределения электронной плотности
 Нр/НТ-исследования монокристаллов в алмазных наковальнях
 Рентгеноструктурный анализ поликристаллических образцов
 Плохо рассеивающие, в т.ч. слабоупорядоченные образцы (SAXS/WAXS)
 Макромолекулярная кристаллография (белки, вирусы, ДНК)
 Жесткое рентгеновское излучение (~100 кэВ): неорганические стекла и т.д.
 Микродифракция и комбинированные методы

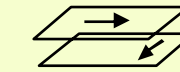


Структура MgH_2 по данным порошковой дифракции на СИ
 T.Noritake *et al.*,
 Toyota & SPRing-8, 2002

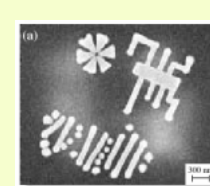
Школа пользователей синхротронного излучения

Рентгеновская дифракционная микроскопия

(SPRing-8; J.Miao *et al.*, Phys. Rev. Lett. (2002), 088303)



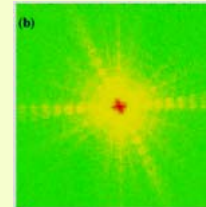
двухслитное изображение



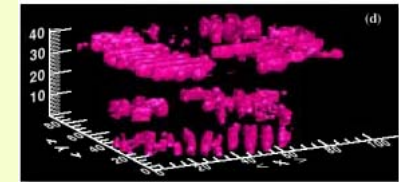
SEM



X-ray, 2D image



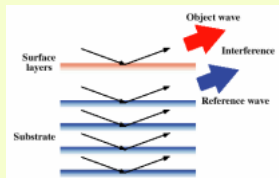
X-ray diffraction pattern



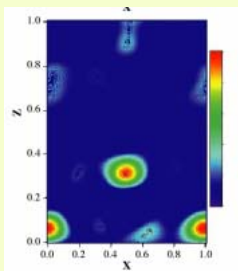
Школа пользователей синхротронного излучения
 X-ray, 3D reconstruction

Рентгенодифракционная голография

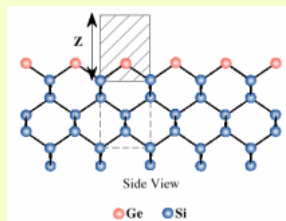
(T.Takahashi, K.Sumitani, Univ. of Tokyo & SPRing-8, 2001)



Интерференция лучей (схема)



Школа пользователей синхротронного излучения
 Интенсивность в слое Ge на грани Si (001)



Дополнительные вклады в атомный фактор рассеяния

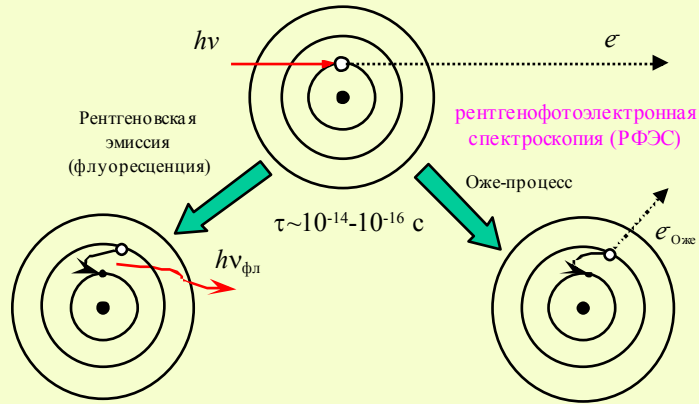
Рассеяние на спиновой электронной плотности (магнитное рассеяние)

Рассеяние на ядрах

Оба вклада незначительны при обычных энергиях, но резко возрастают в области **резонансного электронного или ядерного поглощения**

Школа пользователей синхротронного излучения

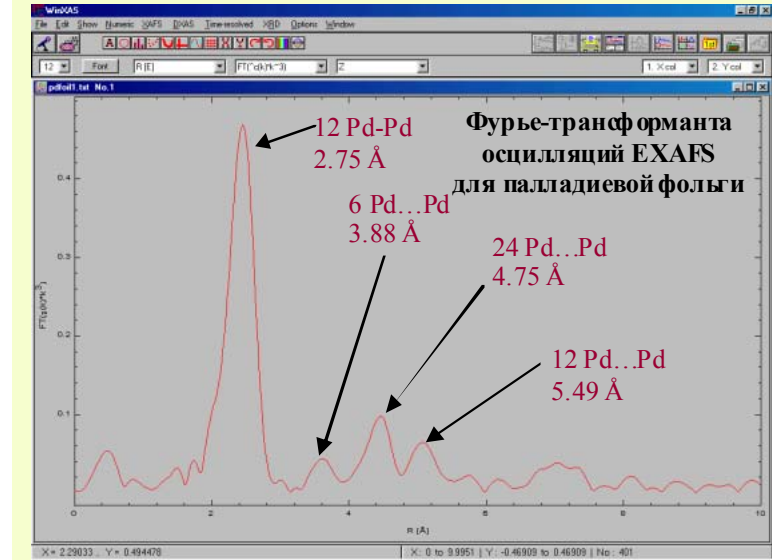
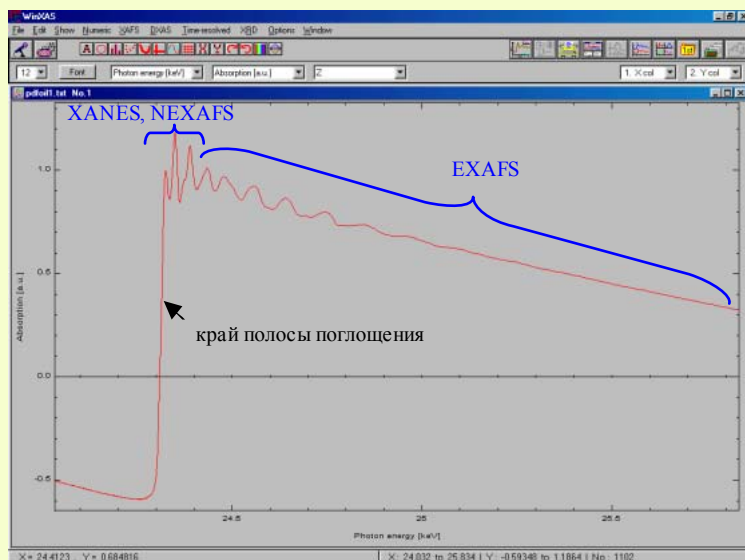
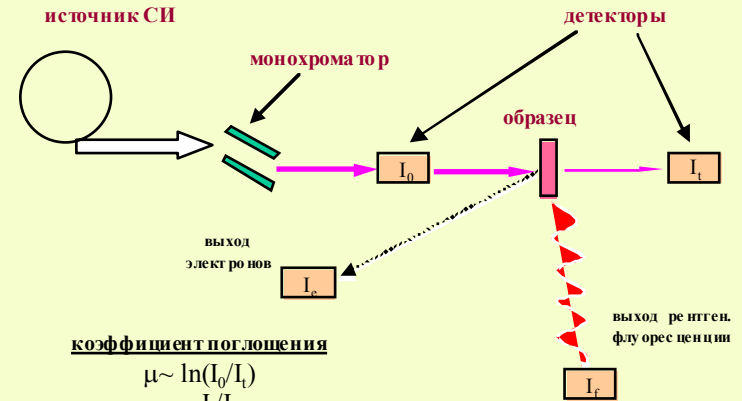
Рентгеновские термы



Рентгеноэмиссионная спектроскопия, рентгенофлуоресцентный анализ

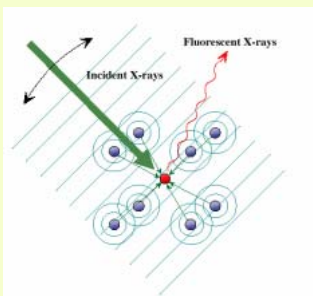
Школа пользователей синхронного излучения

Рентгеновская спектроскопия поглощения (XAS)

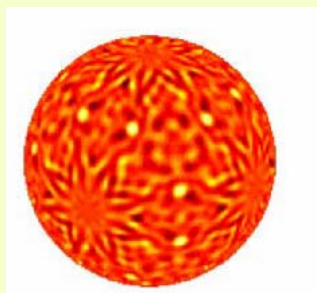


Рентгенофлуоресцентная голография

(K. Hayashi, *et al.*, Tohoku University & Spring-8)



Получение изображения (схема)



Голограмма Si_{0.999}Ge_{0.001} по К-флуоресценции и Ge

Школа пользователей синхронного излучения

Поляризация СИ: рентгеновский магнитный круговой дихроизм (XMCD)

L_{III}/L_{II}-XANES 3d-элементов

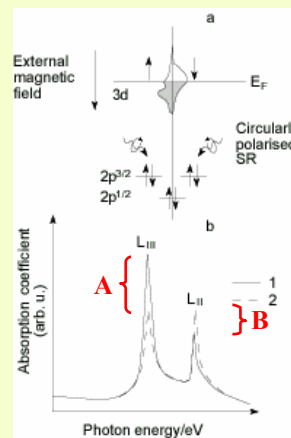
L_{III}-край: переходы 2p_{3/2} → 3d_{5/2}
L_{II}-край: переходы 2p_{1/2} → 3d_{3/2}

Правило сумм:

L_{III} + L_{II} ~ числу дырок на d-оболочке

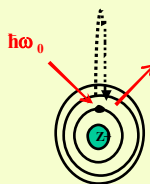
A + B ~ m_S (спин)

A - 2B ~ m_L (орбитальный момент)



Школа пользователей синхронного излучения

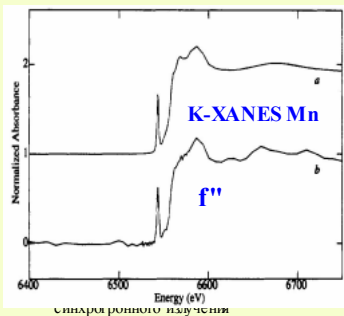
Аномальное рентгеновское рассеяние



$h\omega_f = h\omega_0$
 $\tau \sim 10^{-15}$ с,
фазовый сдвиг:
рассеяние + поглощение

$$f = f_0 + f' + if''$$

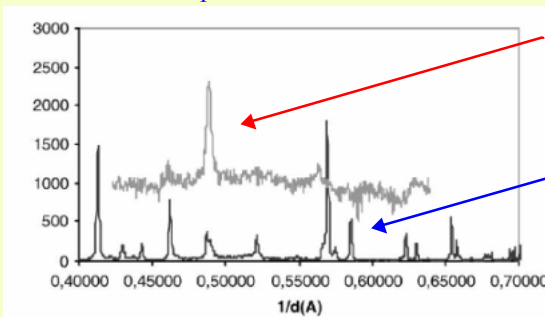
где $f'' \sim \mu$



синхронного излучения

Пример: катализатор CoO на подложке TiO₂

К-край Co: 7709 эВ



Разность дифрактограмм при E = 7614 эВ и 7715 эВ (только CoO)

Дифрактограмма при E = 7614 эВ (преимущественно линии подложки - анатаза и рутила)

Applied Catalysis A: General 226 (2002) 87-113

Anomalous wide angle X-ray scattering (AWAXS) and heterogeneous catalysts

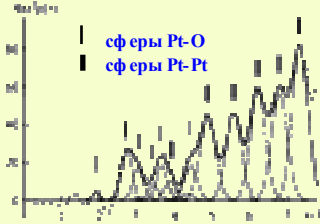
D. Bazin^{a,*}, L. Gucci^b, J. Lynch^c

«Элементный контраст»

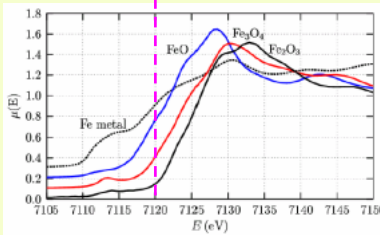
Школа пользователей синхронного излучения

Рассеяние с элементным контрастом: ASAXS, AWAXS

Pt L_{III} AWAXS аморфного катализатора Euro Pt-1 на подложке (А.Н.Шмаков, Э.М.Мороз, СЦСИ, 1998)



К-край Fe



возле края поглощения μ , а значит и f'' , одного и того же элемента в разных степенях окисления различны

«валентный контраст»

Также на основе аномального рассеяния:

Экспериментальное решение проблемы фаз - определение фаз (т.е. F_{hkl}) рентгеновских рефлексов.

Multi-wave Anomalous Diffraction (MAD):

основной современный метод расшифровки структур белков с использованием СИ

XAFS-подобная тонкая структура $I_{hkl}(h\omega)$.

Diffraction Anomalous Fine Structure (DAFS):

Селективное определения локального окружения тяжелых атомов в смесях поликристаллических фаз и локального окружения кристаллографически неэквивалентных атомов в одной фазе

Школа пользователей синхротронного излучения

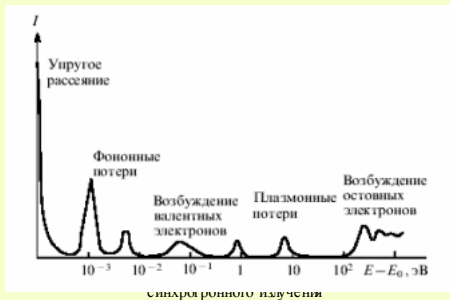
Неупругое рентгеновское рассеяние

Комptonовское рассеяние $\Delta\lambda = (h/mc)(1 - \cos 2\theta)$, выбивание внешних электронов: распределение импульса электронов в зоне проводимости

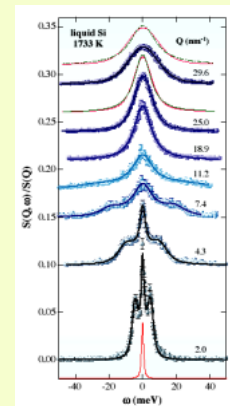
Фононные потери: возбуждение коллективных колебаний атомов, $\Delta E \sim 1-10$ мэВ
Возбуждение валентных электронов: $\Delta E \sim 1-5$ эВ

Плазмонные потери: возбуждение колебаний электронного газа, $\Delta E \sim 10-20$ эВ

Рамановское рассеяние: ионизация остовных уровней легких атомов, $\Delta E \sim 100-500$ эВ



Неупругое рентгеновское рассеяние



Сателлиты фононных потерь в расплавленном кремнии (S. Hosokawa *et al.*, SpRing-8)

- Спектры фононных потерь (\sim NIS)
- Электронные возбуждения (\sim EELS)
- Резонансное неупругое рассеяние (RIXS)

Рамановское рентгеновское рассеяние ($E_{\gamma} \sim 7$ keV)

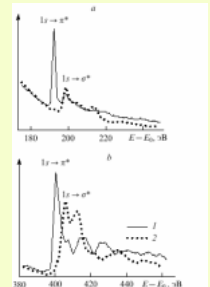
Гексагональный BN

XANES на К-крае бора:

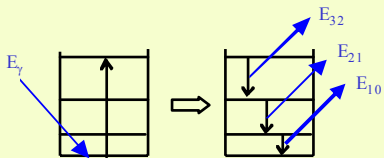
XANES на К-крае азота:

N. Hayashi *et al.*
J. Synchr. Rad.

5, 1052 (1998)
Школа пользователей синхротронного излучения

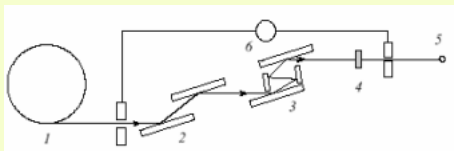


Мессбауэровская спектроскопия на СИ



поглощение фотонов ядрами в узком интервале энергий без применения долгоживущих «мессбауэровских» изотопов. Схема фронтального рассеяния на ядрах

Nuclear forward scattering (NFS) scheme



1 - pulse SR source, 2 - pre-mono, 3 - nested mono ($dE/E \sim 10^{-7}$)
4 - sample, 5 - avalanche photodiode, 6 - delay circuit

Школа пользователей синхротронного излучения

Исследования поверхности

Комбинированные методики с использованием фотонных и электронных пучков. Широкие практические приложения

Фотоэлектронная спектроскопия с угловым разрешением (ARPES, ARXPS): использование дифракции фотоэлектронов. Межатомные расстояния. Фотоэлектронная голография.

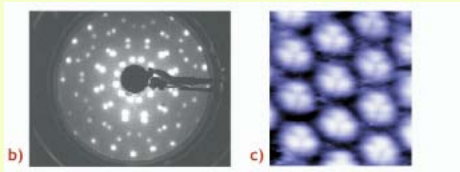
Полное внешнее отражение (ПВНО): grazing incidence. Селективное взаимодействие фотонов с внешним слоем толщиной \sim нм, чувствительность анализа до 10^{-15} г/г.

Стоячие рентгеновские волны: интерференция лучей, отраженных от системы плоскостей (hkl) ($2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$); варьируемое проникновение в атомный слой ($2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$) с регистрацией выхода фотоэлектронов и флуоресценции.

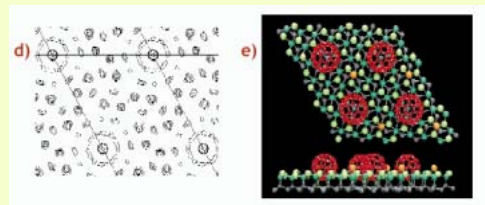
Школа пользователей синхротронного излучения

Пример: дифракция на реконструкции поверхности $\text{Ge}(111)\text{-C}_{60}$ ($\sqrt{13} \times \sqrt{13}$) в геометрии скользящего падения X. Torrelles *et al.*, ESRF, 2003

данные LEED



данные STM



карта электронной плотности по рентгеновским данным Школа пользователей синхротронного излучения

структурная модель поверхности

Выводы

Уникальные характеристики СИ позволяют изучать свойства веществ, недоступные для классических экспериментальных методик.

Использование СИ многократно увеличивает объем информации о строении вещества, порождая новые области исследования.

Взаимодействие новых областей исследования в центрах СИ принципиально ускоряет развитие академических и прикладных научных дисциплин.

Замедленное освоение современных экспериментальных методов на основе СИ приводит к необратимому отставанию страны в науке и технологии.

Школа пользователей синхротронного излучения