

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ "МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМ. ЛОМОНОСОВА"

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА ОПТИКИ, СПЕКТРОСКОПИИ И ФИЗИКИ  
НАНОСИСТЕМ

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

**Двух- и трехкристальная дифрактометрия в  
исследовании пьезоэлектрических кристаллов в  
условиях воздействия электрического поля**

Выполнил студент группы 241М  
Аткнин И. И. \_\_\_\_\_

Научный руководитель: к.ф.-м. н.  
Марченков Н. В. \_\_\_\_\_

Научный руководитель: к.ф.-м. н., доцент  
Стремоухов С. Ю. \_\_\_\_\_

*Допущена к защите 31.05.2017*  
Зав. кафедрой \_\_\_\_\_

МОСКВА

2017

# СОДЕРЖАНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b>	<b>4</b>
<b>1 Литературный обзор</b>	<b>6</b>
1.1 Атомный фактор рассеяния . . . . .	6
1.2 Структурный фактор рассеяния . . . . .	8
1.3 Влияние температуры. Тепловой фактор Дебая - Валлера	9
1.4 Динамическая теория рассеяния . . . . .	12
1.4.1 Симметрическая схема дифракции . . . . .	12
1.4.2 Асимметрическая схема дифракции . . . . .	14
1.4.3 Рентгеновская поляризуемость в среде . . . . .	15
1.4.4 Собственная кривая отражения (КДО) . . . . .	16
1.5 Пьезоэлектрический эффект . . . . .	19
<b>2 Оборудование и методы</b>	<b>23</b>
2.1 Оборудование. Трехкристальный рентгеновский спектрометр	23
2.2 Исследуемые образцы . . . . .	24
2.3 Алгоритмы расчетов и методики измерений . . . . .	25
2.3.1 Функция источника . . . . .	25
2.3.2 Функция щелевых коллиматоров . . . . .	26
2.3.3 Собственная кривая отражения . . . . .	30
2.3.4 Отражение от одного кристалла . . . . .	31
2.3.5 Методика моделирования двухкристальных кривых дифракционного отражения . . . . .	33
2.3.6 Методика моделирования трехкристальных кривых дифракционного отражения . . . . .	38
2.3.6.1 Карта рассеяния в прямом пространстве .	38
2.3.6.2 Карта рассеяния в обратном пространстве	44
2.3.7 Методика расчета пьезоэлектрических констант по данным дифракции . . . . .	45

2.3.8 Методика экспериментального определения пьезоэлектрических констант по данным рентгеновской дифракции . . . . .	50
2.3.8.1 Статический метод . . . . .	50
2.3.8.2 Времяразрешающий метод . . . . .	51
<b>3 Результаты и обсуждения</b>	<b>53</b>
3.1 Аппаратная функция . . . . .	53
3.1.1 Угловая составляющая аппаратной функции . . . . .	53
3.1.2 Спектральная составляющая аппаратной функции .	55
3.2 Двухкристальные КДО . . . . .	56
3.2.1 Бездисперсионная схема . . . . .	56
3.2.2 Дисперсионная схема . . . . .	58
3.2.3 Учет асимметрии отражения . . . . .	61
3.3 Влияние внешнего электрического поля на двухкристальные КДО . . . . .	62
3.3.1 Изменение профиля КДО при пьезоэффекте . . . . .	62
3.3.2 Угловой сдвиг КДО при пьезоэффекте . . . . .	65
<b>ВЫВОДЫ</b>	<b>66</b>
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ</b>	<b>67</b>
<b>СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ</b>	<b>71</b>
Приложение 1 . . . . .	72
Приложение 2 . . . . .	73
Приложение 3 . . . . .	74

# ВВЕДЕНИЕ

Актуальность: В настоящее время основными источниками информации об атомной структуре вещества являются методы основанные на дифракции рентгеновского излучения. Такой инструмент является, с одной стороны неразрушающим и высокочувствительным, а с другой позволяет исследовать процессы напрямую связанные со структурными свойствами кристаллических материалов. Необходимо отметить, что процесс получение информации о взаимодействии рентгеновского излучения с веществом на источниках синхротронного излучения, а так же на лабораторных источниках на сегодня полностью автоматизирован практически для любой геометрии эксперимента. Возникает большой интерес в исследовании кристаллической структуры в условиях внешнего воздействия, например, температуры, давления, электрического или магнитного полей. Такой подход является следующим этапом развития современных теоретических и экспериментальных методов, которые позволяют по новому взглянуть явления, которые до сих пор не до конца понятны на уровне атомных взаимодействий. Это в свою очередь будет способствовать созданию принципиально новых материалов, понять природу которых не представлялось возможным до настоящего времени. Цель работы: Разработка расчетно - методической базы для моделирования картины рентгеновской дифракции, соответствующей измеренным, в реальных экспериментальных схемах с учетом их особенностей для кристаллов, в том числе подверженных влиянию внешнего электрического поля. Разрабатываемый комплекс должен быть предназначен для моделирования картины дифракции, соответствующему реальному эксперименту и обработки экспериментальных данных.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

1. Разработать алгоритмы вычисления аппаратной функции дифрактометра, позволяющие моделировать двумерное спектрально-угловое распределение рентгеновского излучения в экспериментальной схеме для широкого спектра источников излучения и различных опти-

ческих элементов. Данные алгоритмы должны позволять рассчитывать картину двухкристальной рентгеновской дифракции с учетом асимметрии рефлексов и дисперсионности оптической схемы.

2. Апробировать разработанный алгоритм на каждом этапе его создания, проводя сравнение с экспериментальными результатами.
3. Разработать алгоритмы моделирования дифракции в кристаллах, подверженных влиянию внешнего электрического поля, для исследования пьезоэлектрического эффекта.
4. Провести эксперименты по измерению пьезоэлектрических констант методом рентгеновской дифракции с целью апробации разработанных алгоритмов обработки экспериментальных данных

# 1. Литературный обзор

## 1.1. Атомный фактор рассеяния

Рентгеновское излучение, взаимодействуя с электронами атомов вещества, рассеивается. Ядра атомов в рассеянии рентгеновских лучей практически не участвуют, т.к. амплитуда электромагнитной волны, рассеянной заряженной частицей, в соответствии с формулой Томсона [1], обратно пропорциональна ее массе. Величина рассеяния на атоме зависит от количества электронов в нем. Тяжелые металлы, например свинец ( $Z = 82$ ), рассеивают рентгеновское излучение сильнее легких, таких как никель ( $Z = 28$ ) или кобальт ( $Z = 27$ ), а такие атомы, как гелий или водород, прозрачны для рентгеновского излучения. Атомный множитель  $f$  (атомный фактор рассеяния) определяется как отношение амплитуды волны, рассеянной одним атомом, к амплитуде волны, рассеянной одним свободным электроном. Действительно, если в атоме сосредоточено  $Z$  электронов, то заряд этой группы равен  $Q = Z \cdot e$ , а масса  $M = Z \cdot m_e$ .

На рис. 1 в качестве примера представлена диаграмма направленности атомного фактора лантана в зависимости от угла. Размеры атома соизмеримы с длиной волны рентгеновских лучей, поэтому между волнами рассеянными отдельными электронами, возникает разность фаз. Это разность фаз равна нулю только при  $2\theta = 0$ , поэтому структурный фактор зависит от  $\theta$  и  $\lambda$ . Максимальная величина, которая равна числу электронов в атоме  $Z$ , наблюдается в случае рассеяния вперед.

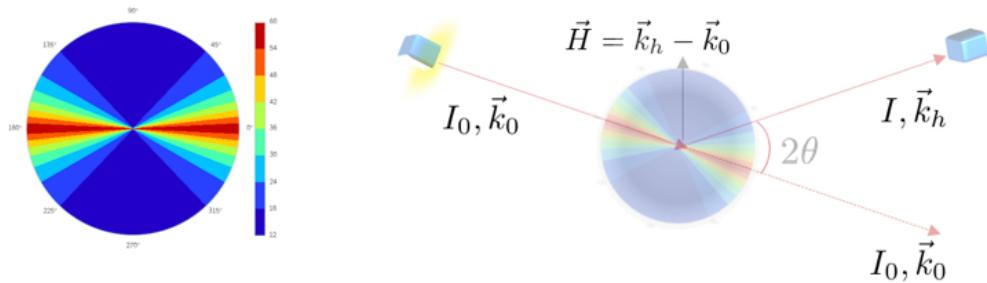


Рисунок 1 - Фактор рассеяния для атома лантана ( $Z = 57$ ) (Слева), схема расположения векторов для падающей и рассеянной волн (справа)

Приближенное выражение для расчета атомного фактора рассеяния представляется в следующем виде [2]:

$$f_0 = \sum_{i=1}^4 \cdot a_i e^{-b_i (\frac{\sin \vartheta_B}{\lambda})^2} + C, \quad (1.1.1)$$

где  $a_i$ ,  $b_i$  и  $c$  - коэффициенты Кромер-Манна для бездисперсионного канала рассеяния атомами решетки. Характерная зависимость структурного фактора от угла рассеяния и длины волны для атомов входящих, например, в состав кристалла LGT (La, Ga, Ta, O), являющегося одним из объектов исследования в настоящей работе, представлена на рис. 2.

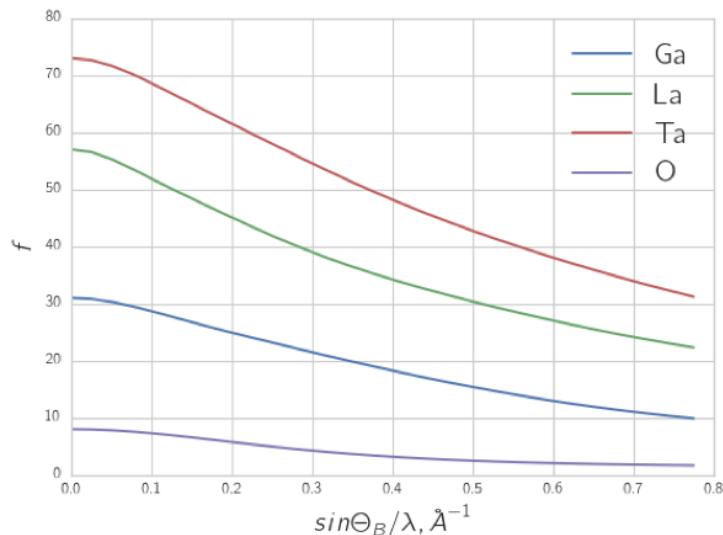


Рисунок 2 - Атомный фактор рассеяния для атомов: галлия (Ga), лантана (La), тантала (Ta) и кислорода (O)

При расчете интенсивности рассеяния атомом необходимо учитывать факт, что все электроны связаны между собой. Для этого необходимо рассматривать уравнение движения связанного электрона под действием падающего излучения. Если атом многоэлектронный, то амплитуда рассеянной волны равна сумме амплитуд волн, рассеянных всеми электронами атома, в результате структурный фактор  $f$  определяется выражением [1]:

$$f = f_0 + f' + i f'', \quad (1.1.2)$$

где  $f_0$  - атомный фактор рассеяния, рассчитанный без учета сил связи

электронов с ядром, а  $f'$  и  $f''$  - дисперсионные поправки [3], первая из которых учитывает дополнительное рассеяние, а вторая - дополнительное поглощение вблизи собственных частот колебаний электронов в атоме.

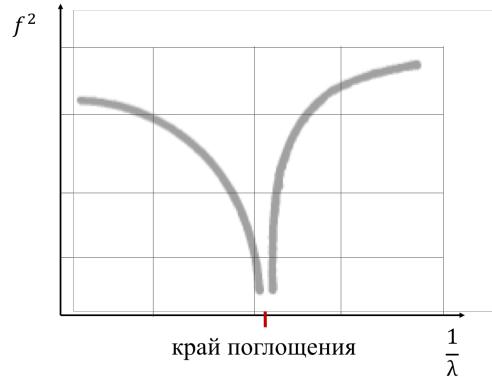


Рисунок 3 - Схематичная зависимость квадрата атомного фактора  $f^2 = (f_0 + f')^2 + (f'')^2$  от длины волны  $\lambda$  вблизи края поглощения

Важной особенностью является тот факт, что дисперсионные поправки  $f', f''$  практически не зависят от угла рассеяния, но зависят от энергии. Так как  $f_0$  уменьшается с ростом угла рассеяния, при больших углах  $\theta$  все большую роль начинают играть дисперсионные поправки.

## 1.2. Структурный фактор рассеяния

Атомы решетки, взаимодействуя с рентгеновским излучением, рассеивают его. Если в элементарной ячейке более одного атома, волны от разных атомов, интерферируя между собой, вносят вклад в общую картину рассеяния, ослабляя или усиливая ее.

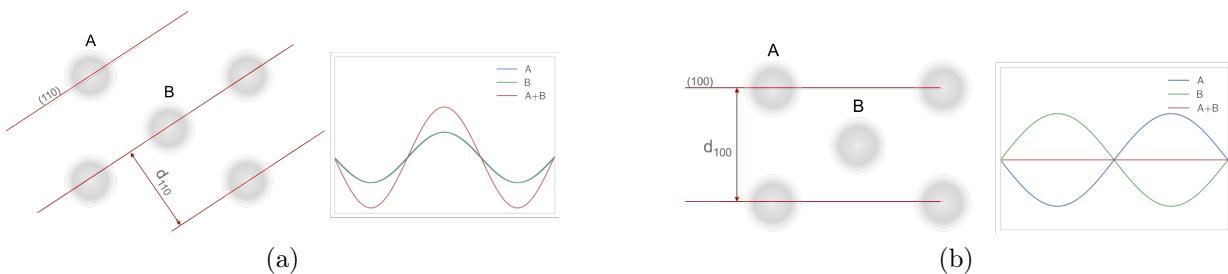


Рисунок 4 - Примеры интерференции двух волн, отраженных различными системами атомных плоскостей для случая конструктивной (а) и деструктивной (б) интерференции

Рассеяние от набора атомов характеризуется структурным фактором, определяемым векторным сложением фаз по всем  $N$  атомам элементарной ячейки:

$$F = \sum_n f_n e^{i\vec{h}\vec{r}_n} = \sum_n f_n \cdot e^{-i\phi_n}, \quad (1.2.1)$$

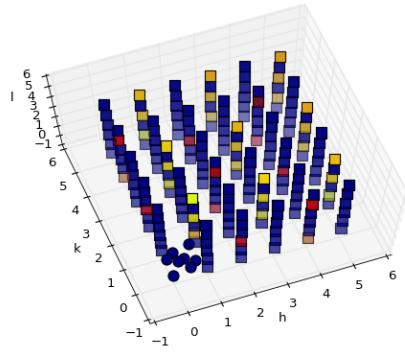
где  $\phi_n = 2\pi(hx_n + ky_n + lz_n)$ ;  $h, k, l$  - индексы Миллера;  $x, y, z$  - относительные координаты атомов в элементарной ячейке.

В соответствии с 1.2.1 в качестве примера был произведен расчет трехмерной ( $hkl$ ) - карты структурного фактора (рис. 5). Цветом изображена величина структурного фактора для разных индексов плоскостей отражения для кристаллов LGT и Si. В таком представлении просматривается периодичность образования запрещенных рефлексов в кубическом кремнии. В кристалле LGT запрещенных (синий цвет) индексов для отражения на порядок меньше, связано это с более низкой симметрией кристалла.

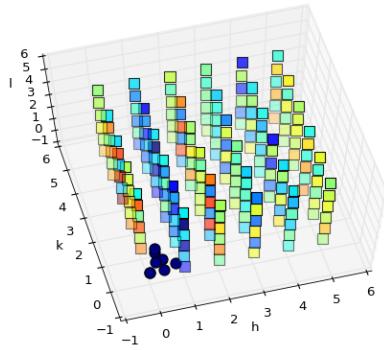
### 1.3. Влияние температуры. Термический фактор Дебая - Валлера

При расчете структурных амплитуд рассеяния необходимо учитывать тепловые колебания атомов в решетке. Предположим, что атомы колеблются около положения равновесия независимо друг от друга. Тогда это эквивалентно увеличению радиуса атома, что приводит к более быстрому спаду функции атомного рассеяния с ростом угла рассеяния. С другой стороны эффективное увеличение радиуса атома, очевидно, должно зависеть от величины среднеквадратичного смещения смещения атома  $\langle u^2 \rangle$  из положения равновесия. Также для простоты предположим, что период тепловых колебаний атомов намного больше периода колебаний падающего излучения, тем самым мы можем считать атом неподвижным в момент рассеяния, т.е. пренебречь эффектом Доплера.

Таким образом, структурный фактор необходимо усреднить за время



(a)



(b)

Рисунок 5 - Карта распределения величины структурного фактора (цвет соответствует его величине) в координатах индексов Миллера для кристалла Si (а) и LGT (б)

наблюдения по всем возможным отклонениям

$$F_T = \left\langle \sum_n f_n \cdot e^{-i\vec{h} \cdot (\vec{r}_n + \vec{u}(t))} \right\rangle = \sum_n f_n \cdot e^{-i\vec{h} \cdot \vec{r}_n} \left\langle e^{-i\vec{h} \cdot \vec{u}(t)} \right\rangle, \quad (1.3.1)$$

где  $\vec{u}(t)$  - отклонение атома во времени,  $\vec{r}_n$  - положение атома  $n$  в идеальной ячейке,  $\vec{h}$  - вектор обратной решетки,  $|\vec{h}| = 2\pi/d$  = где  $d$  - межплоскостное расстояние, а суммирование производится, по всем атомам элементарной ячейки.

При разложении экспоненты, содержащей параметр отклонения, в ряд

Тейлора, получается следующее выражение:

$$\left\langle e^{-i\vec{h} \cdot \vec{u}(t)} \right\rangle = 1 - i \left\langle \vec{h} \cdot \vec{u} \right\rangle - \frac{1}{2} \left\langle (\vec{h} \cdot \vec{u})^2 \right\rangle + \dots \quad (1.3.2)$$

Среднее значение всех членов нечетной степени будет тождественно равно нулю. Учитывая,  $\left\langle (\vec{h} \cdot \vec{u})^2 \right\rangle = q^2 \langle u^2 \rangle \langle \cos(\theta) \rangle = \frac{1}{2} \langle u^2 \rangle h^2$ , можно преобразовать:

$$1 - i \left\langle \vec{h} \cdot \vec{u} \right\rangle - \frac{1}{2} \left\langle (\vec{h} \cdot \vec{u})^2 \right\rangle + \dots = e^{-\frac{1}{2} \langle u^2 \rangle h^2}, \quad (1.3.3)$$

$$F_T = \sum_n f_n \cdot e^{-i\vec{h} \cdot \vec{r}_n} e^{-B(\frac{\sin\theta_B}{\lambda})^2}, \quad (1.3.4)$$

где  $B = 8\pi^2 \langle u^2 \rangle$  - температурный коэффициент Дебая - Валлера,  $(\frac{h}{4\pi})^2 = (\frac{\sin\theta_B}{\lambda})^2$  - вектор обратной решетки или вектор рассеяния. Обычно температурный коэффициент находится в пределах от  $0.20 \text{ \AA}^2$  до  $3.0 \text{ \AA}^2$ . Приведенные выше рассуждения верны в приближении о том, что все колебания в кристалле изотропные (изотропное гармоническое приближение). В более общем случае температурный коэффициент определяется тенором третьего ранга [6]. В большинстве случаев гармоническое приближение дает адекватное описание, однако при описании атомных колебаний в области высоких температур, когда амплитуда колебаний соизмерима с расстоянием между соседними атомами, гармоническое приближение некорректно. В этом случае нужно учитывать ангармонические поправки:

$$\langle u^2 \rangle = \langle u_{harm}^2 \rangle (1 + 2\gamma\alpha T), \quad (1.3.5)$$

где  $\gamma$  - константа Грюнайзена,  $\alpha$  - объемный коэффициент теплового расширения,  $T$  - температура. В случае возрастания температуры кристалла, интенсивность брэгговского рефлекса будет уменьшаться, но угловая полуширина отраженной кривой постоянной останется прежней.

Кроме теплового фактора Дебая-Валлера (динамического), существует статическая поправка, величина которой в первую очередь зависит от концентрации дефектов в образце. Такой вклад меньше зависит от темпе-

ратуры, поэтому проведение температурных измерений обычно позволяет разделить статический и динамический вклады [7].

## 1.4. Динамическая теория рассеяния

### 1.4.1. Симметричная схема дифракции

При рассмотрении большинства физических процессов, связанных с взаимодействием рентгеновского излучения и вещества, используется математический аппарат волновой оптики. Плоская монохроматическая волна, распространяющаяся в вакууме, изображена на рис. 6. Амплитуда плоских волн в вакууме  $E_0$  не меняется с удалением от источника (в отличии от сферических или цилиндрических). В приближении плоской волны плотность потока энергии, переносимой волной через единицу площади, неизменна на любом расстоянии от источника.

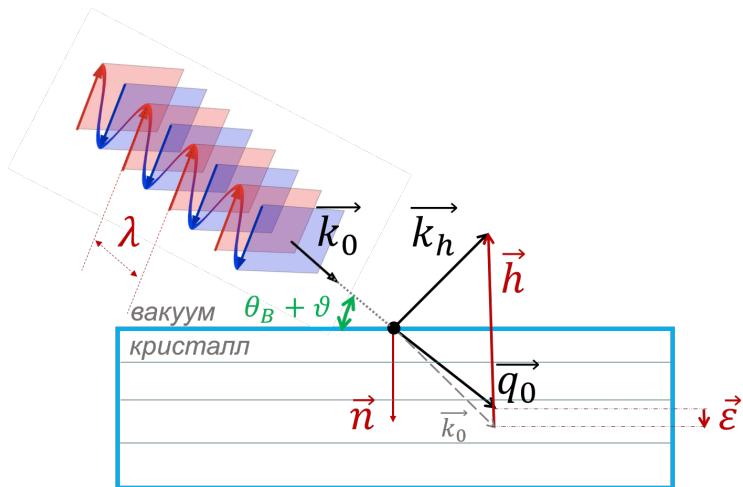


Рисунок 6 - Схематичное изображение дифракции рентгеновского излучения в кристалле,  $\vec{k}$  - волновой вектор в вакууме;  $\vec{q}$  - волновой вектор в среде;  $0$  - коэффициент для обозначения падающей волны,  $h$  - дифрагированной;  $\vec{h}$  - вектор обратной решетки ( $|h| = 2\pi/d$ );  $\vec{n}$  - вектор нормали к поверхности, направленный внутрь объема;  $\lambda$  - длина волны;  $\vec{\varepsilon}$  - вектор аккомодации, характеризующий изменение волнового вектора в среде из-за преломления;  $\theta_B + \vartheta$  - угол падения излучения на кристалл, для данного случая угол совпадает с углом Брэгга  $\vartheta = 0$ , т.к.  $\vec{k}_0 + \vec{h} = \vec{k}_h$

Рентгеновские лучи, как и видимый свет, распространяются параллельно и преломляются при прохождении через границу раздела двух

сред с разной оптической плотностью. Преломление рентгеновских лучей намного слабее, чем у видимого света, причем абсолютный показатель преломления рентгеновских лучей практически во всех средах одинаков и настолько близок к единице, что их преломление не удавалось обнаружить в течение тридцати лет после открытия рентгеновских лучей [8]. Более того, для рентгеновских лучей вакуум оказывается оптически наиболее плотной средой, и луч при переходе в конденсированную среду увеличивает угол с нормалью к поверхности раздела сред ( $n_{refr} \approx 1 - 10^{-5}$ ). Таким образом, волновой вектор, распространяющегося излучения отличается от своего продолжения в среде, но тангенциальная составляющая при переходе из одной среды в другую в соответствии с теорией о циркуляции сохраняется [9]:

$$\vec{q}_0 = \vec{k}_0 + \varepsilon k_0 \cdot \vec{n}. \quad (1.4.1)$$

Тогда квадрат волнового вектора в среде:

$$q_0^2 = k_0^2 + 2k_0^2 \varepsilon \cdot \gamma_0 + \cancel{k_0^4 \varepsilon^2}^0, \quad (1.4.2)$$

где,  $\gamma_0 = \cos(\vec{k}_0 \hat{ } \vec{n})$  - косинус угла между вектором  $\vec{k}_0$  и нормалью к поверхности кристалла, последним слагаемым можно пренебречь в силу его малости ( $\sim 10^{-6}$ ).

Волновой вектор дифрагированной волны, в соответствии с условием Вульфа-Брэгга записывается следующим образом:

$$\vec{k}_h = \vec{k}_0 + \vec{h},$$

$$k_h^2 = \vec{k}_0^2 + 2k_0^2 \varepsilon \cdot \gamma_h, \quad (1.4.3)$$

где  $\gamma_h = \cos(\vec{k}_0 + \vec{h} \hat{ } \vec{n})$  - косинус угла между вектором  $\vec{k}_h$  и нормалью к поверхности кристалла.

Для дальнейшего рассмотрения уравнения, связывающего амплитуду падающей и дифрагированной волн в рамках динамической теории рас-

сияния, вводится параметр  $\alpha$ , характеризующий степень отклонения от условия Вульфа-Брэгга [10]:

$$\alpha = \frac{k_0^2 - k_h^2}{k_0^2}, \quad (1.4.4)$$

$$\alpha = 1 - \frac{|\vec{k}_0|^2 + 2|\vec{k}_0||\vec{h}| \cos(\vec{k}_0 \wedge \vec{h}) + |\vec{h}|^2}{k_0^2}.$$

Учитывая, что  $|h| = 2|k_0| \sin(\theta_B)$ , а  $\vec{k}_0 \wedge \vec{h} = 90^\circ - \theta_B + \vartheta$ , получим:

$$\alpha = -4 \sin(\theta_B) (\sin(\theta_B + \vartheta) - \sin(\theta_B)). \quad (1.4.5)$$

Параметр  $\alpha$ , характеризующий отстройку падающего излучения от точного брэгговского угла удобнее ввести на текущем этапе. Выражение (1.4.5) существенно упростит дальнейшее рассмотрение в рамках динамической теории рассеяния.

#### 1.4.2. Асимметрическая схема дифракции

В том случае, если рентгеновское излучение отражается от атомных плоскостей, не параллельных поверхности, говорят об асимметрии отражения (рис. 7).

Для того чтобы охарактеризовать степень асимметрии, вводят коэффициент  $b$ :

$$b = \frac{\gamma_0}{|\gamma_h|} \quad (1.4.6)$$

где,  $\gamma_0 = \cos\psi_0 = \sin(\varphi + \theta_B)$ ,  $\gamma_h = \cos\psi_h = \sin(\varphi - \theta_B)$ ,  $\varphi$  - угол между плоскостью отражения и поверхностью образца. Данный коэффициент, как будет показано дальше, может существенным образом влиять на картину дифракции.

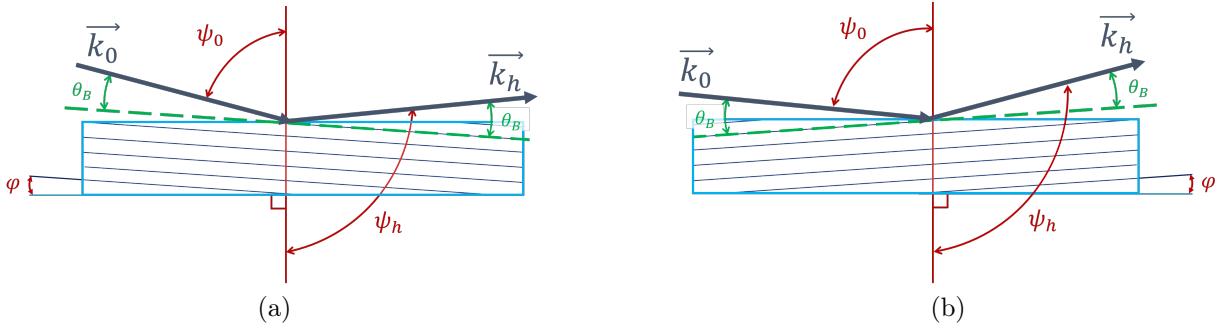


Рисунок 7 - Схема асимметричной брэгговской дифракции для коэффициента  $b \gg 1; \varphi > 0$  (а),  $b \ll 1; \varphi < 0$  (б)

### 1.4.3. Рентгеновская поляризумость в среде

Вне кристалла падающая волна описывается в виде совокупности плоских волн с волновым вектором  $\vec{k}_0$ .

$$\vec{E}_0(\vec{r}, t) = E_0 e^{i(\vec{k}_0 \vec{r} - \omega t)}. \quad (1.4.7)$$

Падающая волна  $\vec{E}(\vec{r}, t)_0$  порождает волновое поле внутри кристалла, которое характеризуется вектором электромагнитной индукции, параллельным вектору напряженности электрического поля  $\vec{D} \parallel \vec{E}$ . Тогда имеет место выражение:

$$\vec{D}_0(\vec{r}, t) = (1 + \chi(\vec{r})) E_0 e^{i(\vec{k}_0 \vec{r} - \omega t)} = A(r) e^{i(\vec{k}_0 \vec{r} - \omega t)}, \quad (1.4.8)$$

где  $\chi$  - поляризумость среды. Амплитуда волны  $A(\vec{r})$  не зависит от времени, но зависит от координат. Связано это с тем, что электроны колеблются под действием распространяющейся волны, и испускаемые ими электромагнитные волны интерферируют между собой и с исходной волной. Устанавливается некоторое стабильное электромагнитное поле с периодически изменяющейся в пространстве амплитудой. Периодичность эта должна быть такой же, что и периодичность решетки. Таким образом, в силу трехмерной периодичности  $\chi(\vec{r} + \vec{h}) = \chi(\vec{r})$ , функцию  $\chi(\vec{r})$

можно разложить в ряд Фурье и представить в виде:

$$\chi(\vec{r}) = \sum_h \chi_h e^{i\vec{h}\cdot\vec{r}}. \quad (1.4.9)$$

Подробный вывод выражений для Фурье-компонент  $\chi_h$  рентгеновской поляризуемости в среде представлен в Приложении 1, из которого следует:

$$\chi_h = -\frac{e^2 \lambda^2}{m\pi c^2} \frac{1}{V} \sum_n f_n \cdot e^{-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{r}_n} \quad (1.4.10)$$

где  $h$  - соответствует какому - либо направлению вектора обратной решетки для конкретных индексов Миллера  $h, k, l$ .

На данном этапе возможность распространения в кристалле большого количества волн (многоволновый случай) остается за рамками рассмотрения, а рассматривается только два узла обратной решетки с индексами Миллера: [000] (падающая волна) и  $[hkl]$  (дифрагированная волна). Тогда поляризуемость примет конечный вид:

$$\chi(\vec{r}) = \chi_0 + \chi_h e^{i\vec{h}\cdot\vec{r}} + \chi_{-h} e^{-i\vec{h}\cdot\vec{r}}. \quad (1.4.11)$$

#### 1.4.4. Собственная кривая отражения (КДО)

Из системы уравнение Максвелла можно получить следующее волновое уравнение [5]:

$$\Delta \vec{E} - k_0^2 \vec{D} = \Delta \vec{E} - k_0^2 (1 + \chi) \vec{E} = 0. \quad (1.4.12)$$

Как было упомянуто выше, в кристалле распространяются две волны:

$$\begin{cases} \vec{E}_0 = \vec{e}_0 E_0 e^{i\vec{q}_0 \cdot \vec{r}} \\ \vec{E}_h = \vec{e}_h E_h e^{i\vec{q}_h \cdot \vec{r}}, \end{cases} \quad (1.4.13)$$

где произведение единичных векторов  $\vec{e}_0$  и  $\vec{e}_h$  определяется следующим образом:

$$\vec{e}_0 \cdot \vec{e}_h = C \begin{cases} 1, & \sigma - \text{поляризация} \\ \cos(2\theta_B), & \pi - \text{поляризация.} \end{cases} \quad (1.4.14)$$

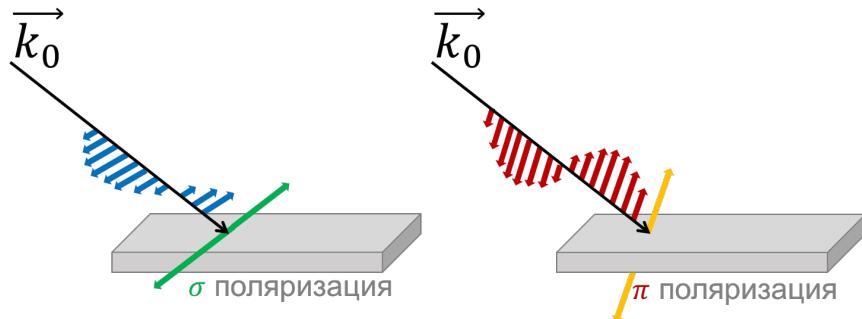


Рисунок 8 - Колебание вектора напряженности электрического поля для разных типов линейной поляризации рентгеновского излучения

Система динамических уравнений получается путем подстановки (1.4.13) в (1.4.12), которая имеет следующий вид:

$$\begin{cases} \delta_0 E_0 - C \chi_{-h} E_h = 0 \\ \delta_h E_h - C \chi_h E_0 = 0, \end{cases} \quad (1.4.15)$$

где

$$\delta_{(0,h)} = \frac{q_{(0,h)}^2}{k_0^2} - 1 - \chi_0. \quad (1.4.16)$$

Приравняв детерминант системы к 0, дисперсионное уравнение имеет следующий вид:

$$\delta_0 \delta_h - C^2 \chi_h \chi_{-h} = 0. \quad (1.4.17)$$

Исходя из равенства тангенциальных компонент волнового вектора при переходе между средами (1.4.3, 1.4.2), необходимо отметить  $k_h = q_h$ , т.к при выходе излучения из среды происходит лишь преломление, а сум-

марная интенсивность остается прежней.

$$\begin{cases} \delta_0 = \frac{q_0^2 - k_0^2}{k_0^2} - \chi_0 = 2\varepsilon\gamma_0 - \chi_0 \\ \delta_h = \frac{q_h^2 - k_0^2}{k_0^2} - \chi_0 = 2\varepsilon\gamma_h - \alpha\chi_0, \end{cases} \quad (1.4.18)$$

где  $\alpha$  соответствует выражению (1.4.4). Дисперсионное уравнение с учетом граничных условий имеет следующий вид:

$$(2\varepsilon\gamma_0 - \chi_0)(2\varepsilon\gamma_h - \alpha - \chi_0) - C^2\chi_h\chi_{-h} = 0. \quad (1.4.19)$$

Решение уравнения (1.4.19) относительно параметра аккомодации  $\varepsilon$  имеет два корня:

$$\varepsilon_{1,2} = \frac{1}{4\gamma_0} \left( \chi_0(1-b) - b\alpha \pm \left( [\chi_0(1+b) + b\alpha]^2 - 4bC^2 \cdot \chi_h\chi_{-h} \right)^{1/2} \right), \quad (1.4.20)$$

где  $b$  - соответствует (1.4.6), а произведение коэффициентов поляризуемости определяется следующим образом:

$$\chi_h \cdot \chi_{-h} = Re(\chi_h)^2 - Im(\chi_h)^2 - 2i \quad Re(\chi_h) \cdot Im(\chi_h).$$

Наличие двух решений говорит о том, что в кристалле распространяется две проходящие и две дифрагированные волны, но анализ полученного решения  $\varepsilon_{1,2}$  показывает, что один корень имеет положительную мнимую часть, а второй - отрицательную. Мнимая часть отвечает за поглощение, и в случае отрицательно корня волна, распространяясь вглубь кристалла, экспоненциально затухает. Поэтому необходимо выбирать всегда корень с отрицательной мнимой частью  $Im(\varepsilon) < 0$ .

Амплитудный коэффициент отражения:

$$R = \frac{E_0}{E_h} = \frac{\delta_0}{C\chi_{-h}} = \frac{2\varepsilon\gamma_0 - \chi_0}{C\chi_{-h}}. \quad (1.4.21)$$

Вид кривой дифракционного отражения (КДО) описывается следу-

ющим выражением [10]:

$$P(\vartheta) = \left| \frac{\gamma_h}{\gamma_0} \cdot R \right|^2. \quad (1.4.22)$$

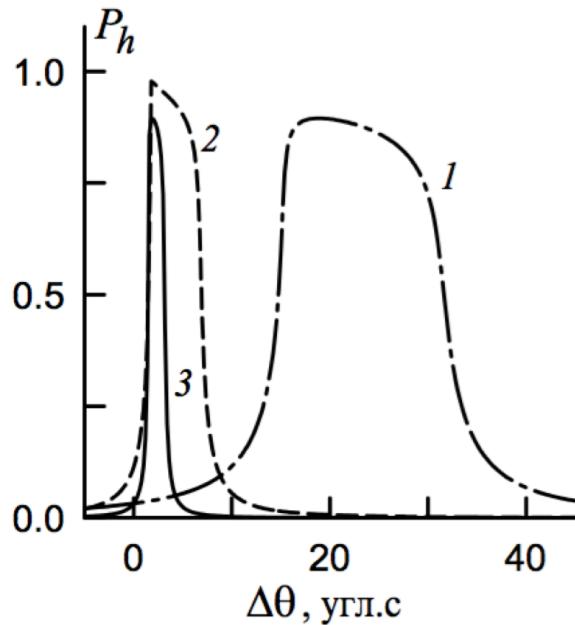


Рисунок 9 - КДО от кристалла кремния Si(220)  $CuK_{\alpha}$  - излучения для различных коэффициентов асимметрии отражения:  $b = 0.1$  (1);  $b = 1$  (2);  $b = 10$  (3)

На рис. 9 приведен типичный пример собственной кривой дифракционного отражения для разных коэффициентов асимметрии [10].

## 1.5. Пьезоэлектрический эффект

Материалы, в которых существует линейная связь между механическим напряжением и электрической поляризацией (прямой пьезоэлектрический эффект) или между механической деформацией и приложенным электрическим полем (обратный пьезоэлектрический эффект), называются пьезоэлектриками.

Согласно определению обратного пьезоэлектрического эффекта, приложенное внешнее электрическое поле  $\vec{E}$  является причиной возникновения в кристаллическом материале деформаций  $r_i$ . Вектор деформаций пропорционален величине приложенного напряжения и зависит от пьезо-

электрических свойств материала в данном направлении. Модуль пьезоэлектрических деформаций  $d$  является матрицей, с размерностью (3x6) [12, 13].

$$r_j = d_{ij} E_i, \quad (1.5.1)$$

где  $i = (1, 2, 3) = (x, y, z)$ ,  $j = (1, 2, 3, 4, 5, 6)$ ,  $E_i$  - компонента напряженности электрического поля.

Исходя из уравнения (1.5.1) можно судить о том, что поле, приложенное в каком-либо из направлений, может вызывать деформацию кристалла в любом направлении с коэффициентом пропорциональности  $d_{ij}$ . Компоненты деформации  $r_1, r_2 \dots r_6$  можно также обозначать через  $x_x, y_y, z_z, y_z, z_x$  и  $x_y$  (обозначения Кирхгофа) [12].

Например, компонента растяжения/сжатия  $r_1 = x_x$  соответствует относительному изменения длины вдоль данного направления  $\frac{\Delta x}{x_0}$  (рис. 10b), а компонента сдвиговой деформации соответствует отношению  $r_6 = x_y = \frac{\Delta x}{y_0}$ , как показано на рис. 10a.

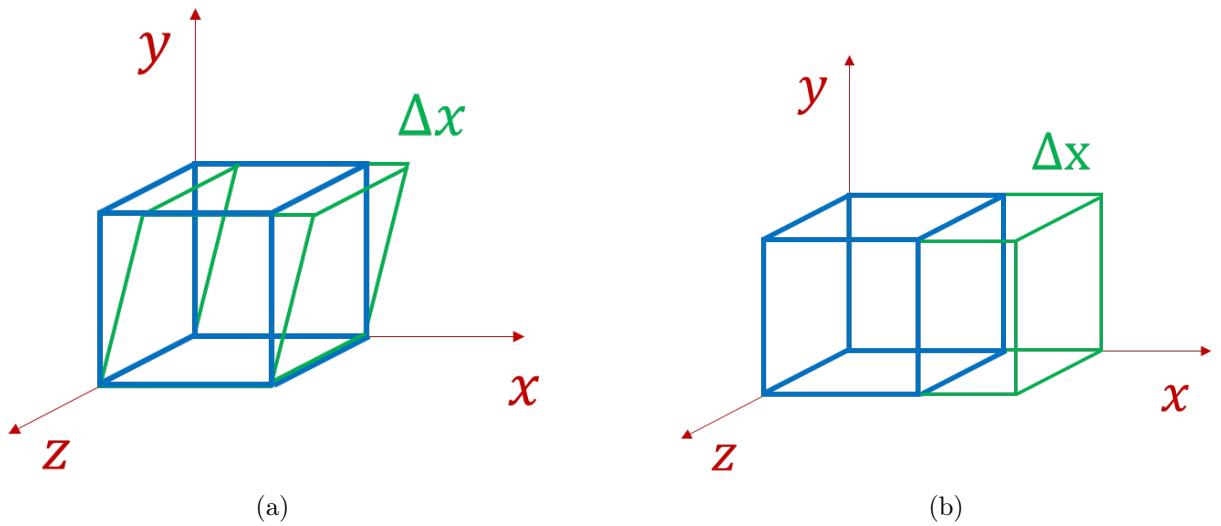


Рисунок 10 - Схематичное изображение деформации растяжения/сжатия  $r_1 = x_x = \frac{\Delta x}{x_0}$  (a), сдвига  $r_6 = x_y = \frac{\Delta x}{y_0}$  (b)

Деформации вида  $x_y$  и  $y_x$  являются связанными и выражаются друг через друга. На рис. 11 представлен пример преобразования сдвиговой деформации для  $x_y = y_x$ , такую деформацию описывают только одной

компонентой. С математической точки зрения отождествление  $x_y$  с  $y_x$  уменьшает число независимых компонент общего тенора деформаций.

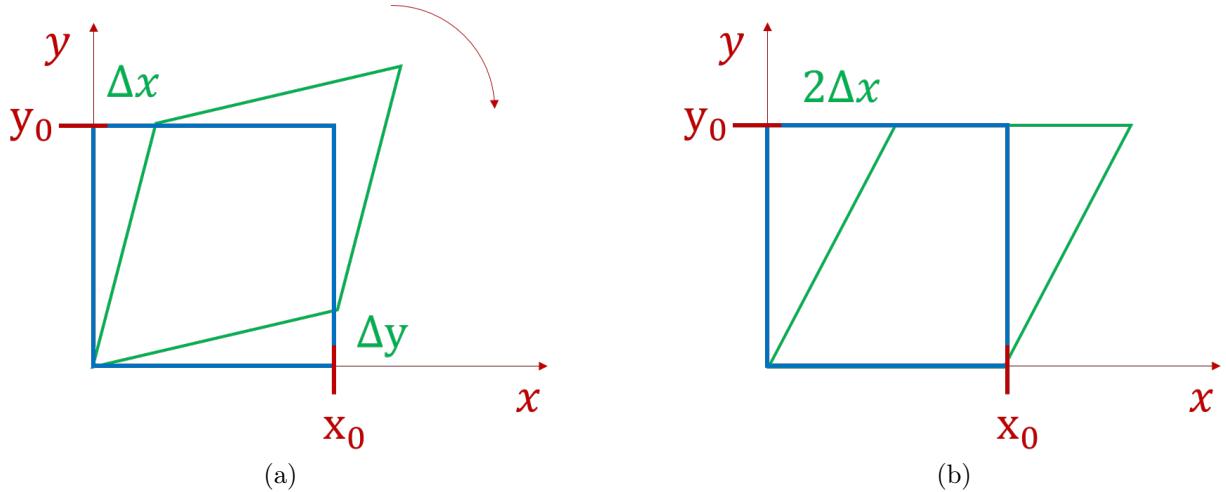


Рисунок 11 - Переход от двух равных между собой сдвиговых деформации  $x_y = y_x$  (а) к одной  $x_y = \frac{2\Delta x}{y_0}$  (б) с учетом поворота образца

В развернутой форме выражение (1.5.1) выглядит следующим образом:

$$\begin{pmatrix} r_1 \\ r_2 \\ r_3 \\ r_4 \\ r_5 \\ r_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_{11} & d_{21} & d_{31} \\ d_{12} & d_{22} & d_{32} \\ d_{13} & d_{23} & d_{33} \\ d_{14} & d_{24} & d_{34} \\ d_{15} & d_{25} & d_{35} \\ d_{16} & d_{26} & d_{36} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad (1.5.2)$$

В общем случае все 18 пьезомодулей не зависимы друг от друга. Однако, под действием операции симметрии кристалл должен полностью совместиться с самим собой и это касается не только его строения, но и любого физического свойства. Исходя из принципа Неймана [14] физические свойства по кристаллографически эквивалентным направлениям должны быть одинаковыми. Таким образом, пьезоэлектрический эффект может возникнуть только в кристаллах, лишенных центра симметрии. В 11 из 32 классах точеной группы симметрии нет полярных направлений, а значит в кристаллах этих классов не может возникать пьезоэффект. Для

остальных классов некоторые пьезомодули могут обратиться в нуль из-за наличия симметрии. При этом, чем выше симметрия, тем меньше число независимых пьезомодулей.

## 2. Оборудование и методы

### 2.1. Оборудование. Трехкристальный рентгеновский спектрометр

Экспериментальная апробация разработанных алгоритмов производилась на лабораторном источнике рентгеновского излучения - трехкристальном рентгеновском спектрометре (TPC) (рис. 12). ТПС включает в себя рентгеновский источник, спектр является характеристическим и определяется материалом анода, в частном случае молибденом. Рентгеновские лучи от неподвижного источника, падают на кристалл-монохроматор, где происходит пространственное разделение спектра и монохроматизация пучка. Коллимационная щель №1 вырезает необходимую составляющую, которая затем отражается от исследуемого кристалла-образца.



Рисунок 12 - Трехкристальный рентгеновский спектрометр.  
Лаборатория рентгеновских методов анализа и синхротронного  
излучения, ФНИЦ "Кристаллография и фотоника"

Конструкция ТПС предусматривает возможность работать как в режиме двухкристального эксперимента, когда перед детектором устанавливается коллимационная щель №2, так и в режиме трехкристального

эксперимента, когда на место перед детектором устанавливается кристалл анализатор и отраженный от анализатора луч фиксируется детектором.

Оптическое расстояние от источника до коллимационной щели №1 и №2 составляет 570 мм и 1005 мм соответственно. Кристалл-образец устанавливается на многокружный гониометра с радиусом (расстоянием до детектора) равным 210 мм, позволяющим осуществлять позиционирование образца и детекторов с точностью 0.5 угл. сек. Также ТРС оснащен двумя сцинтиляционными детекторами для проведения методами моловолновой и квазимоловолновой дифракции.

## 2.2. Исследуемые образцы

### Кристалл Si

Для проведения экспериментов, необходимых для апробации разрабатываемых алгоритмов, был использован монокристалл кремния (Si). Данный кристалл характеризуется идеальной кривой собственного отражения, поэтому был использован в качестве модельного образца. Решетка Si имеет кубическую симметрию с параметрами элементарной ячейки  $a = b = c = 5.4310 \text{ \AA}$ .

### Кристалл LGT

Кристаллы семейства лантан-галлиевого силиката ( $La_3Ga_5SiO_{14}$  - LGS и  $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$  - LGT) обладают пьезоэлектрическими свойствами со стабильной температурной зависимостью даже при высоких температурах. Пьезоэлектрический модуль  $d_{11}$  остается постоянным в диапазоне температур до 600°C (изменение не более 5 % [23]). В таких кристаллах отсутствует фазовый переход вплоть до температур плавления [22], а также не имеется пироэлектрического эффекта.

LGT кристалл имеет точечную группу симметрии 32 и гексагональную сингонию. Матрица пьезоэлектрических модулей выглядит следующим

образом:

$$\begin{pmatrix} d_{11} & -d_{11} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -d_{14} & 2d_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (2.2.1)$$

Параметры ячейки:  $a = b = 8.228 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.124 \text{ \AA}$  [15].

## 2.3. Алгоритмы расчетов и методики измерений

Стоит отметить, что представление параметров рентгеновского пучка в виде двумерных спектрально-угловых карт (рис. 13) будет использовано далее во всей работе. Это позволяет не только наглядно отслеживать характеристики излучения после прохождения каждого элемента рентгенооптической схемы, но и проводить моделирование как любых типов источников, так и для разных элементов схемы. Такой подход основывается на представлении впервые предложенным ДюМондом [33].

### 2.3.1. Функция источника

Аппаратная функция дифрактометра определяется спектральной и угловой составляющей. Излучение рентгеновской трубы представляет из себя комбинацию из непрерывного тормозного спектра [34] и характеристического, спектральная часть которого достаточно хорошо описывается суперпозицией двух функций Лоренца, взятых с весовыми коэффициентами 2:1 (2.3.1):

$$g_\lambda(\lambda) = \frac{2\pi}{3} \left\{ \frac{\delta\lambda_1}{(\lambda - \lambda_1)^2 + (\delta\lambda_1)^2} + \frac{1}{2} \frac{\delta\lambda_2}{(\lambda - \lambda_1)^2 + (\delta\lambda_1)^2} \right\}, \quad (2.3.1)$$

где  $\frac{2\pi}{3}$  - нормировочный коэффициент.

Плотность распределения количества фотонов электромагнитного излучения в зависимости от угла отстройки относительно прямолинейного

распределения задается функцией Гаусса (2.3.2):

$$g_\vartheta(\vartheta) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\vartheta^2}{2\sigma^2}\right), \quad (2.3.2)$$

где  $\sigma$  - параметр, который характеризует ширину углового распределения на половине высоты.

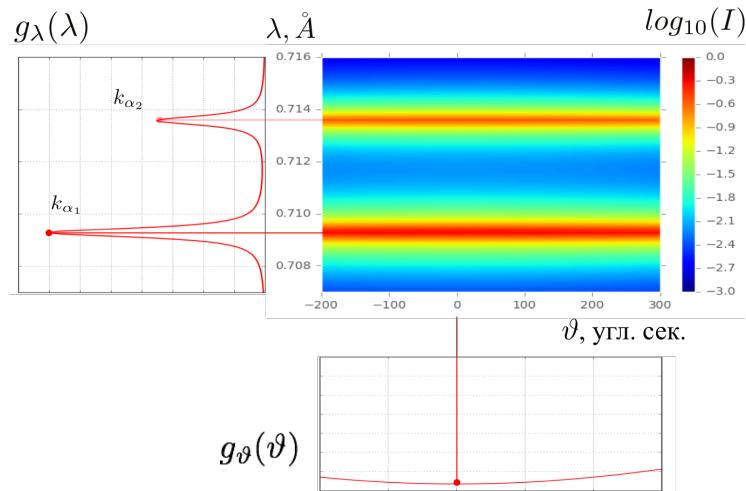


Рисунок 13 - Спектрально – угловое распределение лабораторного источника рентгеновского излучения с молибденовым анодом, полуширина гауссова распределения составляет  $\sigma = 600$  угл. сек.

### 2.3.2. Функция щелевых коллиматоров

Другой составляющей аппаратной функции является функция углового распределения излучения в экспериментальной схеме, определяемая геометрическими особенностями (размерами щелевых коллиматоров и длинами оптических путей). Рассмотрим преобразование пучка рентгеновского излучения проходящего через систему щелевых коллиматоров.

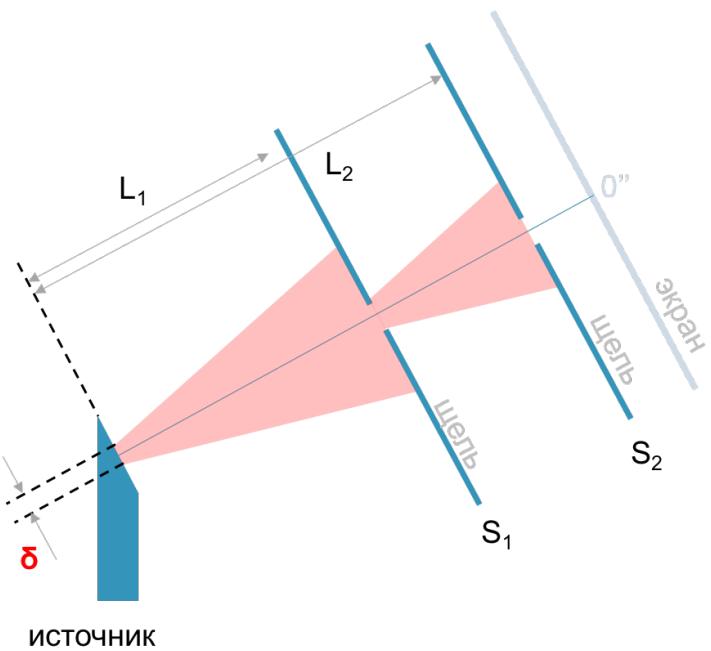


Рисунок 14 - Схематичное изображение распространение рентгеновского пучка в системе с протяженным источником и двумя щелевыми коллиматорами

На начальном этапе рассматривалась модель точечного источника излучения (протяженность источника  $\delta = 0$ ). В таком случае, интенсивность проходящего излучения будет определяться одним щелевым коллиматором, которое является более узким из двух при пересчете в угловые координаты. Например, для фиксированных расстояний между элементами  $L_1 = 570$  мм,  $L_2 = 1005$  мм, в случае одинаковых линейных размеров щелей и точечного источника, интенсивность будет определяться более удаленным щелевым коллиматором, и распределение интенсивности принимает вид представленный на рис. 15а. Если источник является протяженным ( $\delta \neq 0$ ), то угловое распределение интенсивности принимает более сложный вид, как показано на рис. 15б.

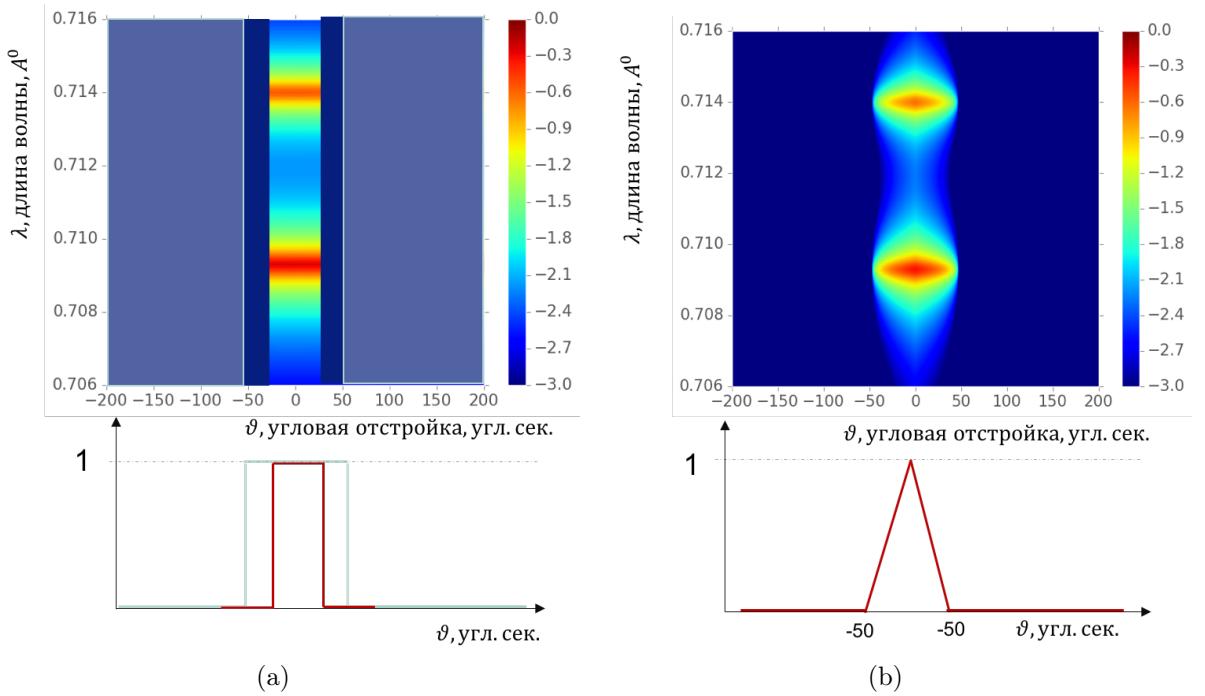


Рисунок 15 - Спектрально-угловое распределение излучения в системе двух щелей для различных типов источника: точечного (а) и протяженного ( $\delta = 0.2$  мм) (б),  $MoK_{\alpha}$  - излучение

Необходимо отметить, что для описания дифракционного эксперимента имеет значение именно спектрально-угловое распределение излучения, т.е. количество и энергия квантов, падающих под тем или иным углом на кристалл. Данное распределение определяется соотношение площадей параллелограммов, угол между боковой стороной и основанием которых соответствует углу распространения излучения (рис. 16).

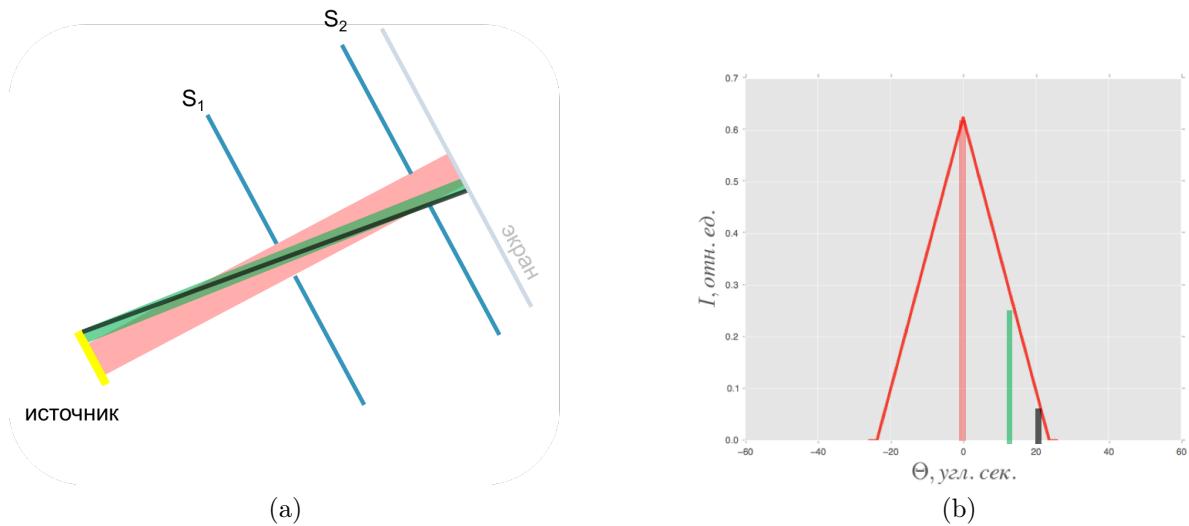


Рисунок 16 - Схематичное представление углового распределения излучения после прохождения системы щелевых коллиматоров.

Пропускная способность системы щелей в определенном угловом направлении соответствующего параллелограмма (а). Интенсивность на экране, установленном после системы щелей для протяженности источника  $\delta = 0.2$  мм (б)

Более подробный расчет  $g_S(\vartheta)$  представлен в Приложении 3. На рис. 17 представлены результаты расчета пропускной способности системы двух щелей для некоторых параметров рентгенооптической схемы в приближении точечного источника ( $\delta = 0$ ), в сравнении с протяженным ( $\delta \neq 0$ ).

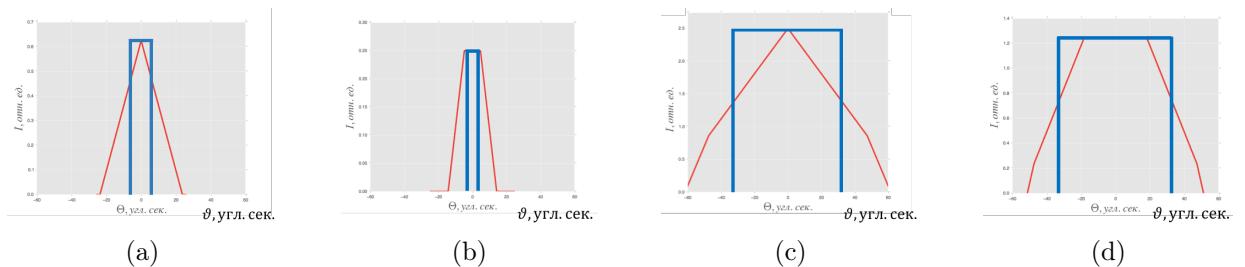


Рисунок 17 - Пропускная способность щелевых коллиматоров в зависимости от угла распространения рентгеновского излучения. Расстояние до первой щели  $L_1 = 570$  мм, до второй -  $L_2 = 1005$  мм.

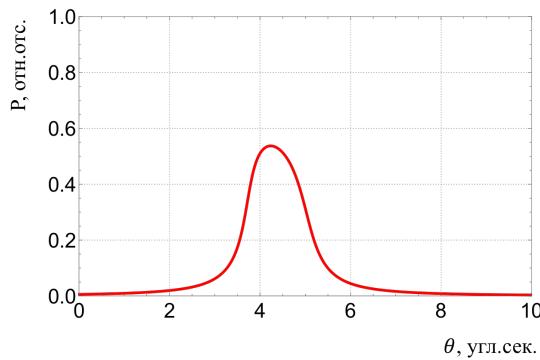
Размеры щелевых коллиматоров и протяженность источника:  
 $S_1 = S_2 = 50$  мкм;  $\delta = 0.2$  мм (а),  $S_1 = 20$  мкм;  $S_2 = 40$  мкм;  $\delta = 0.2$  мм (б),  $S_1 = 200$  мкм;  $S_2 = 400$  мкм;  $\delta = 0.2$  мм (в),  $S_1 = 200$  мкм;  $S_2 = 400$  мкм;  $\delta = 0.1$  мм (г)

Анализ рис. 17 показывает, что перегиб возникает вследствие переходного процесса от точечного источника к бесконечному, т.е. на мень-

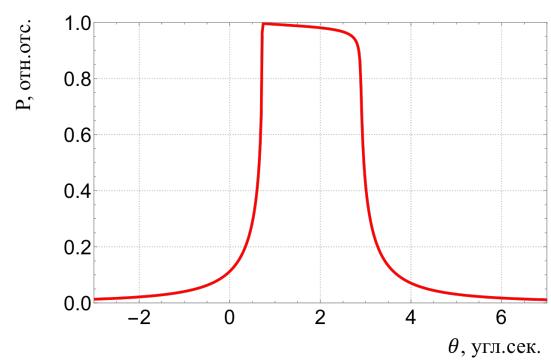
ших углах плотность излучения определяется ближайшей, а начиная с некоторого угла ограничивать пучок начинает более удаленная щель.

### 2.3.3. Собственная кривая отражения

Определяемая формулой динамической дифракции, форма кривой дифракционного отражения представляет собой узкую линию с полушириной порядка нескольких угловых секунд (рис. 18).



(a)



(б)

Рисунок 18 - Собственная кривая отражения от кристалла Si(220) и кристалла LGT(220) для  $MoK_{\alpha 1}$  - излучения

В дальнейшем рассмотрении на спектрально-угловой карте будет присутствовать полоса отражения от кристалла, которая представляет из себя набор кривых с разными углами Брэгга (рис. 19). Ширина полос на двумерной карте определяется полушириной (FWHM) собственной кривой отражения.

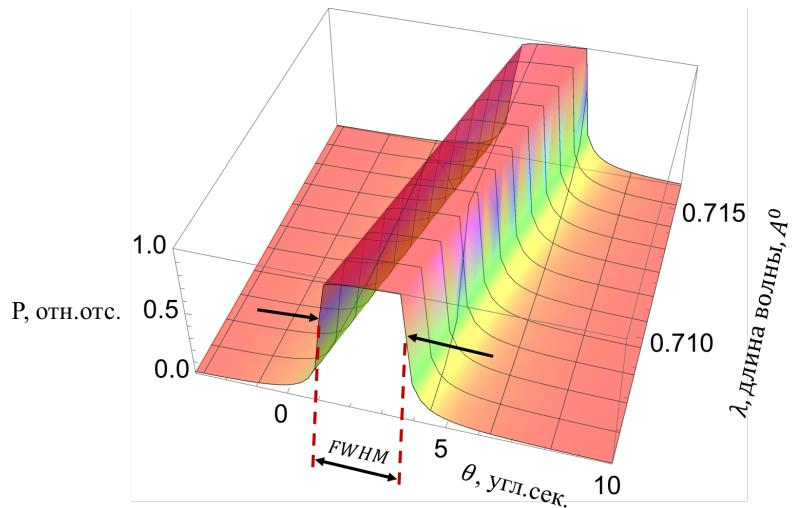


Рисунок 19 - Полоса собственной КДО на спектрально-угловом распределение для кристалла кремния Si(220) для  $MoK_{\alpha}$  - излучения

Весьма наглядной иллюстрацией влияния асимметрии являются собственные кривые отражения от Si(440) рассчитанные при трех разных углах падения и соответственно имеющие разный коэффициент асимметрии. Угол Брэгга для такой плоскости отражения составляет  $\theta_B = 21.68^{\circ}$ , угол наклона поверхности составляет  $\varphi = 20^{\circ}53'$ .

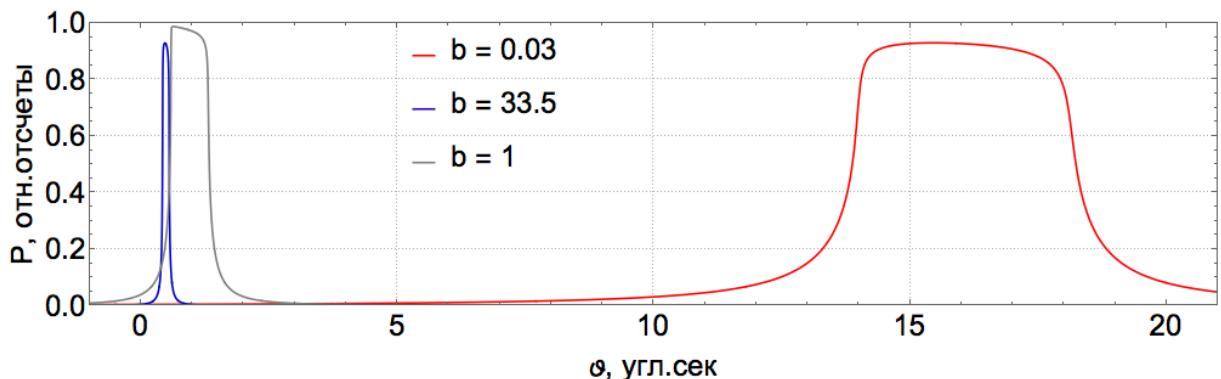


Рисунок 20 - Кривые отражения от Si(440)  $MoK_{\alpha 1}$  - излучения, полученные при разных углах падения(для разных  $b$ )

Сдвиг центра кривой происходит из-за наличия преломления на величину 0.5 и 16.5 угловых секунд.

### 2.3.4. Отражение от одного кристалла

Добавление в экспериментальную схему (рис. 14) кристалла - монохроматора наглядно демонстрирует преимущество использования двумерных

спектрально-угловых распределений. Взаимодействие рентгеновского излучения с кристаллом определяется уже не только угловой составляющей, но и спектральной.

Спектрально-угловое распределение после отражения рентгеновского пучка от совершенного монокристалла задается выражением:

$$P(\vartheta, \lambda) = g_\lambda(\lambda)g_\vartheta(\vartheta)P\left(\vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B)\right), \quad (2.3.3)$$

где  $P$  - соответствует (1.4.22),  $\lambda_1$  - длина волны излучения, на которую настраивается экспериментальная схема.

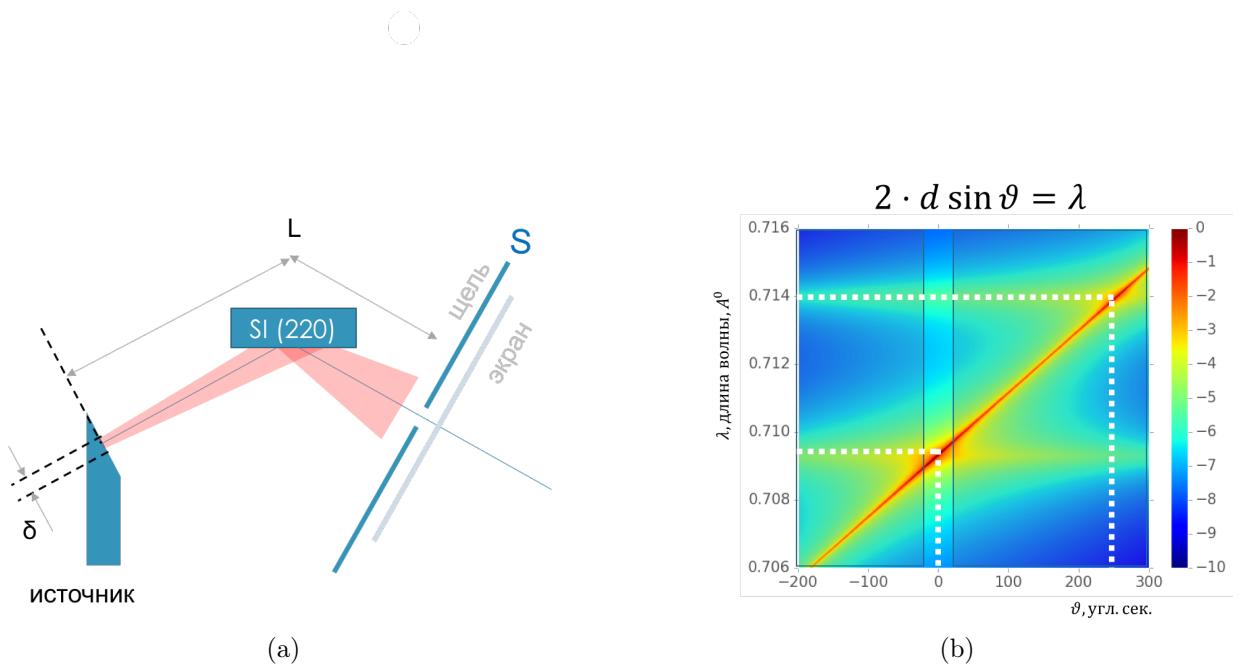


Рисунок 21 - Схема однокристального эксперимента (а).

Спектрально-угловое распределение рентгеновского излучения после отражения расходящегося характеристического излучения трубки с *Mo* анодом от кристалла Si(220). Вертикальная полоса в окрестности  $\vartheta = 0$  соответствует угловому диапазону пропускания щелевых коллиматоров.(б)

Рис. 21 наглядно демонстрирует принцип работы брэгговского монохроматора, когда после взаимодействия с кристаллом, разные длины волн отражаются под разными углами в соответствии с законом Вульфа-Брэгга.

Угловая зависимость отраженного монохроматором излучения с уч-

том прохождения систем щелей задается следующим образом:

$$P_{single}(\theta) = \sum_{\lambda=-\infty}^{\infty} g_{\lambda}(\lambda) \cdot \sum_{\vartheta=\vartheta_{s1}}^{\vartheta_{s2}} g_{\vartheta}(\vartheta) P_M\left(\vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B)\right), \quad (2.3.4)$$

где  $\vartheta$  - угол падения излучения на кристалл, в случае не расходящегося пучка  $\vartheta = 0$ , в случае, например, синхротронного источника  $\vartheta \in (-6^o; 6^o)$ ;  $g_{\lambda}(\lambda)$  - спектральная плотность распределения пучка (2.3.1);  $g_{\vartheta}(\vartheta)$  - угловая плотность распределения пучка (2.3.2);  $P_M$  - коэффициент отражения от кристалла-монохроматора, слагаемое  $\frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B)$  - возникает из условия Вульфа-Брэгга и описывает свойство разных длин волн отражаться под разными углами. Суммирование проводится, во-первых, в пределах угловой апертуры детектора, которая задается размером щелевого коллиматора перед ним, с возможной отстройкой детектора от центрального положения  $\vartheta_{s1} = \theta - \frac{S}{2L}$ ,  $\vartheta_{s2} = \theta + \frac{S}{2L}$ , где  $S$  - линейный размер щелевого коллиматора,  $L$  - расстояние от источника до щели. Во-вторых, суммирование осуществляется по всем  $\lambda$ , из-за свойства детектора не различать разные длины волн. На рис. 43 приведен результат измерения углового распределения излучения рентгеновской трубки после его отражения от неподвижного кристалла кремния Si(220) для разных размеров щелевого коллиматора в сравнении с результатами моделирования для аналогичных параметров схемы. Экспериментально измерять такую зависимость можно путем сканирования детектором со щелью отраженного монохроматором пучка.

### **2.3.5. Методика моделирования двухкристальных кривых дифракционного отражения**

Метод анализа КДО по прежнему являются одним из основных инструментов диагностики не только совершенства кристаллических материалов [17] - [21], в частности, объемных и поверхностных дефектов в монокристаллах, тонких пленках, а также многослойных кристаллических структурах, но и для анализа физических процессов происходящих в

кристаллах, таких как воздействие внешнего электрического (пьезоэлектрический эффект) [30], магнитного поля или температуры [31].

Измерение кривой дифракционного отражения в двухкристальной схеме представляет собой измерение зависимости отраженного образцом рентгеновского излучения при пошаговом повороте исследуемого кристалла относительно падающего на него излучения в окрестности точного значения угла Брэгга. Существует несколько схем измерения кривых отражения рентгеновского излучения.

### $\omega$ - сканирование

В данном типе сканирования кривая отражения измеряется путем поворота образца относительно падающего пучка в плоскости дифракции. При таком сканировании угол между падающим и дифрагированным пучками (угол рассеяния) остается постоянным (рис. 22). Получаемая в результате кривая носит название кривой качания.

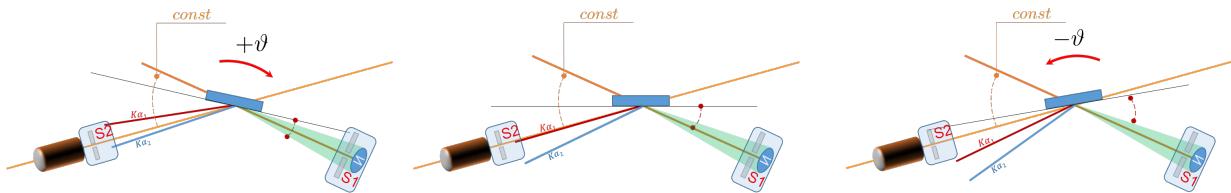


Рисунок 22 - Схема реализации  $\omega$  - сканирования

### $\vartheta - 2\vartheta$ - сканирование

В отличие от предыдущего, данный метод сканирования соответствует изменению модуля вектора рассеяния при неизменном его угловом положении (рис. 23). Угловое положение падающего пучка и детектора изменяется синхронно относительно используемой системы атомных плоскостей, а установленная перед детектором апертурная щель вырезает только зеркально отраженную часть пучка. Именно поэтому при построении спектрально-угловых распределений полосы щелей в процессе  $\vartheta - 2\vartheta$  - сканирования остаются неподвижными (т.к. несмотря на изменение щели  $S_2$  в процессе  $\vartheta - 2\vartheta$  - сканирования ее отстройка от зеркального положения всегда равна 0).

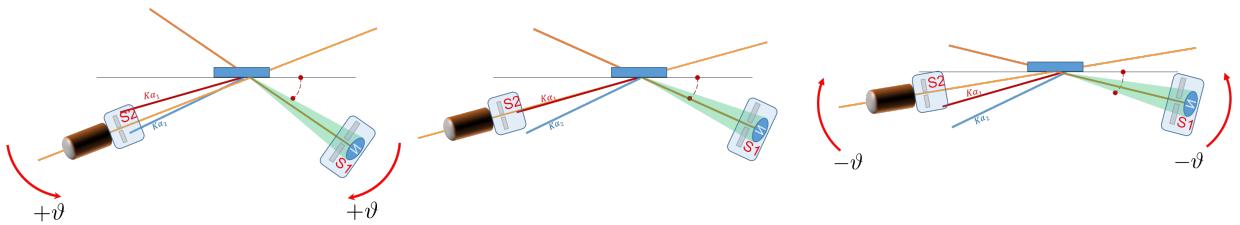


Рисунок 23 - Схема реализации  $\vartheta - 2\vartheta$  - сканирования

Кроме того, именно используемый подход, основанный на спектрально-угловом представлении для данного типа сканирования, наглядно демонстрирует интересный эффект. Независимо от ширины входной и приемной щелей характеристическая линия спектра трубы  $K_{\alpha 2}$  всегда вносит вклад в результирующую КДО, проявляясь в виде дополнительного пика на ее хвосте, что будет показано далее.

### Выражение для расчета двухкристальных КДО

Для того, чтобы разобраться в том, как формируются экспериментальные двухкристальные КДО, необходимо построить спектрально-угловое распределение пучка в соответствии с реальной схемой эксперимента (рис. 24a).

$$P(\theta, \vartheta, \lambda) = g_\lambda(\lambda)g_\vartheta(\vartheta)P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right). \quad (2.3.5)$$

Выражение (2.3.5) определяет спектрально-угловое распределение излучения после прохождения двух кристаллов с коэффициентами отражения  $P_M$  (монохроматор) и  $P_S$  (образец), причем последний в процессе сканирования подвергается отстройки от точного угла Брэгга (рис. 24b).

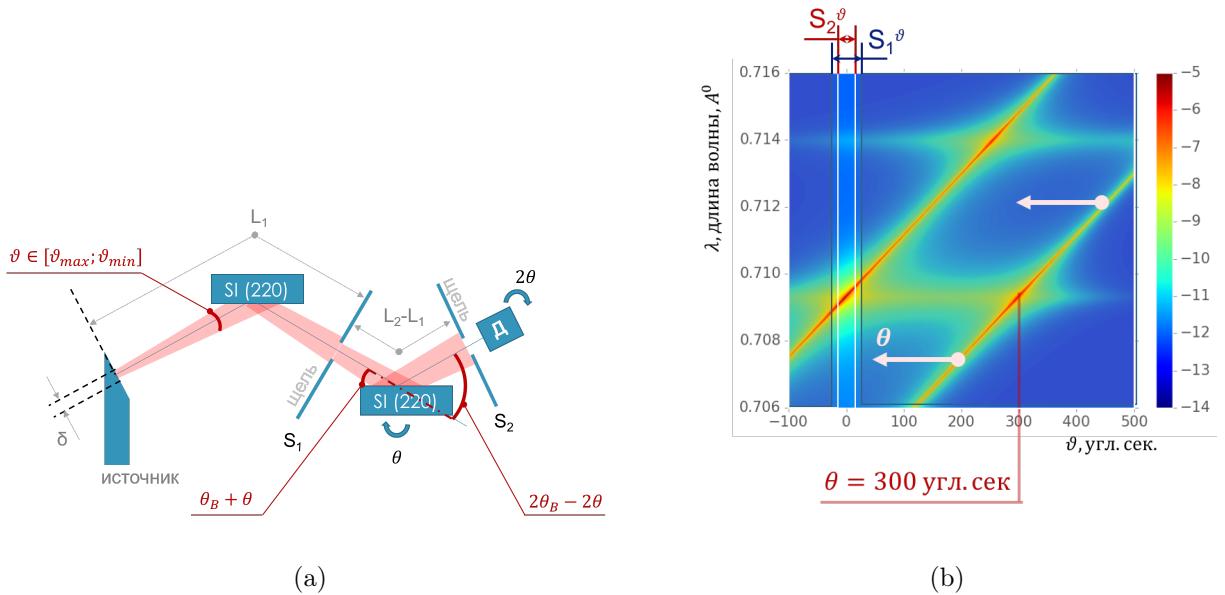


Рисунок 24 - Схема (а) и спектрально-угловое распределение излучения (б) после отражения расходящегося, полихромотического пучка рентгеновской трубки с *Mo*-анодом. Несмотря на то, что в экспериментальной схеме детектор с приемной щелью не статичны, на карте обе щели  $S_1$  и  $S_2$  неподвижны. Положение щелевых коллиматоров обозначено синей и белой линиями вблизи  $\vartheta = 0$  угл.сек. Отстройка кристалла-образца от точного брэгговского положения составляет 300 угл. сек.

Выражение (2.3.5) не учитывает особенности влияния щелевых коллиматоров, о которых мы говорили в разделе 2.3.2. С учетом того факта, что детектор не разделят энергетическую составляющую пучка, что приводит к необходимости интегрирования по  $\lambda$ . Конечное выражение для описания двухкристальной КДО примет вид:

$$P_{double}(\theta) = \sum_{\lambda=-\infty}^{\infty} g_{\lambda}(\lambda) \cdot \sum_{\vartheta=\vartheta_{s1}}^{\vartheta_{s2}} g_{\vartheta}(\vartheta) g_S(\vartheta) \cdot \\ P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right), \quad (2.3.6)$$

где пределы суммирования определяются как  $\vartheta_{s2} = -\vartheta_{s1} = \frac{\delta + S_1}{2L_1}$ ,  $\delta$  -

линейный размер источника.

На рис. 25 изображен процесс формирования бездисперсионной КДО в процессе смещения справа налево наклонной линии отражения для кристалла-образца. В момент совпадения полос отражения монокроматора и образца на детекторе фиксируется максимальная интенсивность.

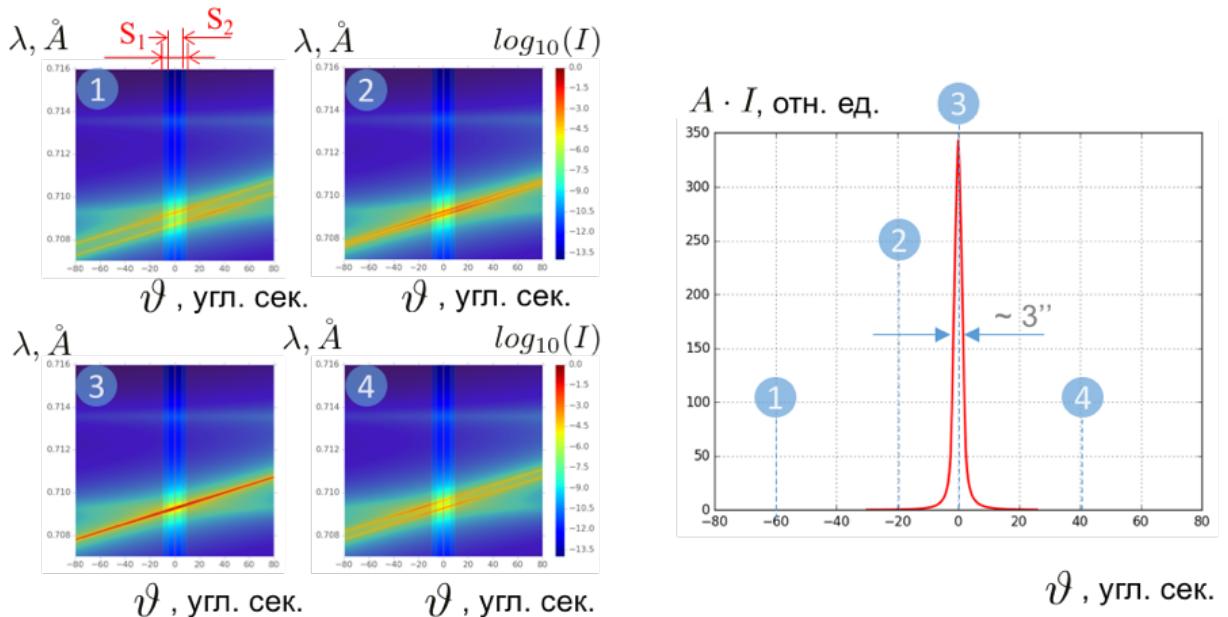


Рисунок 25 - Формирование двухкристальной кривой дифракционного отражения ( $\theta - 2\theta$  - сканирование) для кристаллов Si(220)  
 $\theta_B^M = \theta_B^S = 10.6^\circ$   $MoK_\alpha$  - излучения

В случае, если схема дисперсионная т.е. угол Брэгга кристалла - образца отличен от угла Брэгга кристалла-монохроматора, наблюдается уширение двухкристальных кривых, что можно наглядно наблюдать на спектрально-угловой карте (рис. 26).

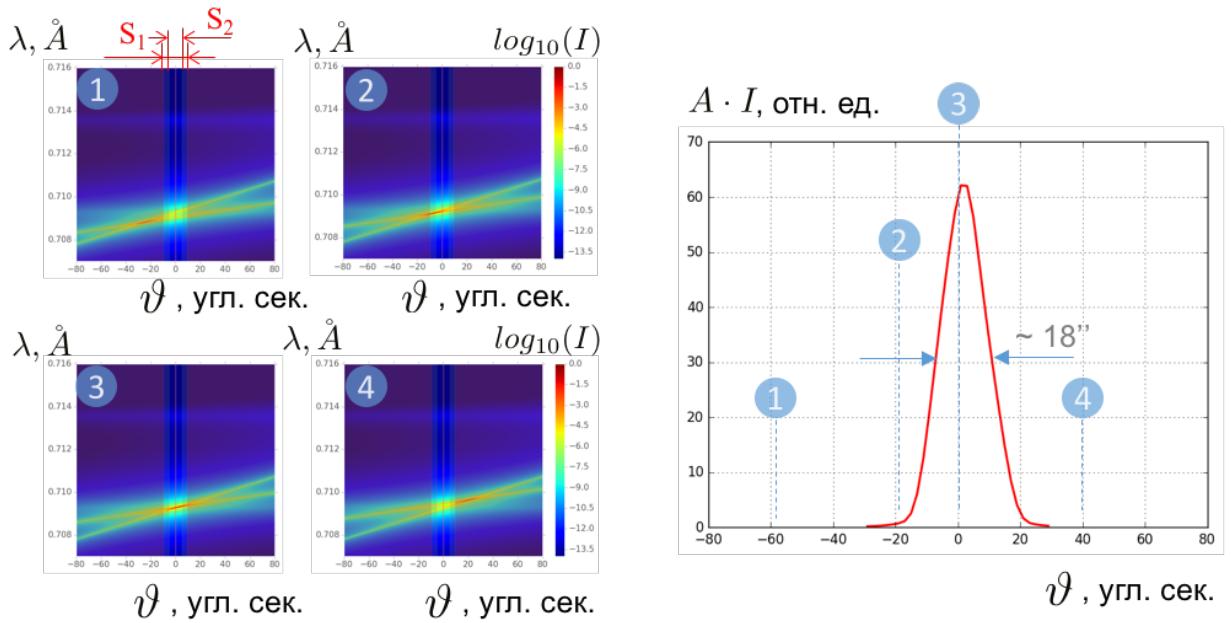


Рисунок 26 - Формирование двухкристальной кривой дифракционного отражения ( $\theta - 2\theta$  - сканирование) в дисперсионной схеме для отражений Si(220) и Si(440) ( $\theta_B^M = 10.6^\circ$ ,  $\theta_B^S = 21.6^\circ$ )  $MoK_\alpha$  - излучения

### 2.3.6. Методика моделирования трехкристальных кривых дифракционного отражения

#### 2.3.6.1 Карта рассеяния в прямом пространстве

Разработанные алгоритмы также можно протранслировать и для расчета трехкристальных спектров дифракции. В простейшем случае, когда все три кристалла находятся в точном положении брэгговской дифракции, рассчитать интенсивность отраженного ими излучения не составляет труда. На кристалл монохроматор (М) падает расходящийся набор рентгеновских лучей, каждый из которых характеризуется отстройкой  $\vartheta$  от точного брэгговского направления (рис. 27). Отраженный луч с интенсивностью  $I_0 P_M(\vartheta)$  падает на образец и дальше, с интенсивностью  $I_0 P_M(\vartheta) P_S(\vartheta)$ , на анализатор интенсивность пучка после которого составляет  $I_0 P_M(\vartheta) P_S(\vartheta) P_A(\vartheta)$ .

Для более общего случая, когда кристаллы образца и анализатора отстроены на некоторые углы относительно брэгговского (такая ситуация возникает постоянно в процессе измерений). Необходимо также ввести уг-

ловые отстройки от точного брэгговского положения для образца (S)  $\theta$  и анализатора (A)  $\varepsilon$ . В результате поворота образца на угол  $\theta$  относительно Брэгговского положения, излучение отраженное от монохроматора, падает на образец под углом  $\theta_B + \theta + \vartheta$ . Если кристалл повернуть на угол  $\theta$ , отраженный луч повернется на удвоенный угол  $2\theta$ , в итоге излучение падает на анализатор (A) под углом  $\theta_B + 2\theta - \varepsilon + \vartheta$  (рис. 27) [16].

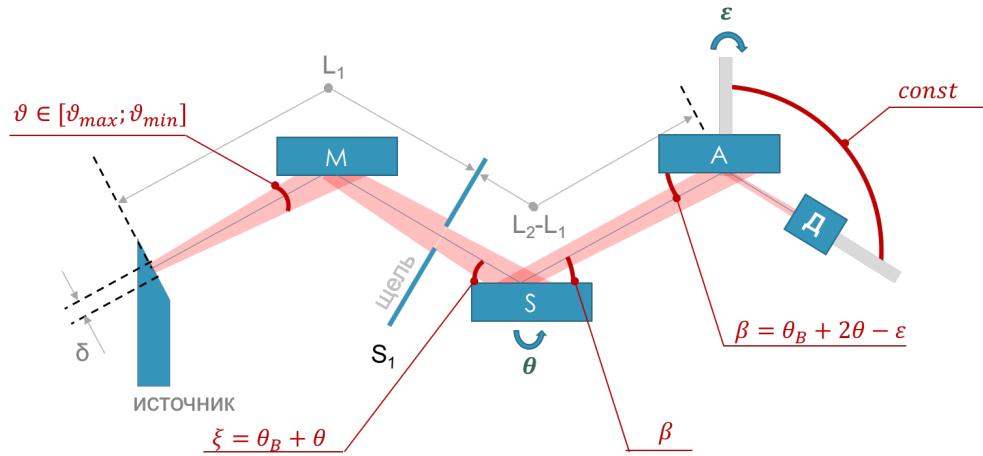


Рисунок 27 - Схема трехкристального эксперимента,  $\theta$  - угловая отстройка образца от точного угла Брэгга,  $\varepsilon$  - угол отстройки анализатора относительно положения оптической оси

Спектрально-угловое распределение, исходя из вышесказанного, задается выражением:

$$P_{triple}(\vartheta, \lambda, \theta, \varepsilon) = I_0 \cdot P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_A \left( 2\theta - \varepsilon + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \quad (2.3.7)$$

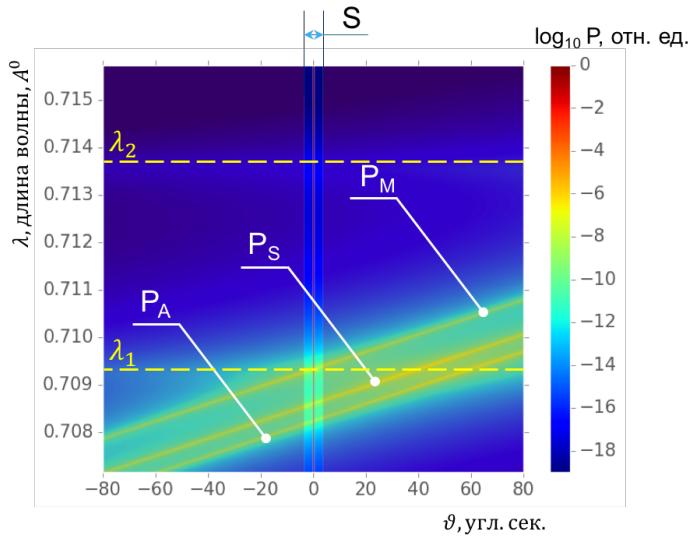


Рисунок 28 - Спектрально-угловое распределение в случае трехосевой схемы для лабораторного источника с молибденовым анодом ( $MoK_{\alpha}$ ).

Образец отстроен на  $\theta = -50''$  относительно точного брэгговского положения, анализатора на  $\varepsilon = 20''$  относительно зеркально отраженного луча после кристалла-образца. Так же на схеме изображен щелевой коллиматор размером около  $7''$

Измерение карты обратного пространства производится путем комбинированного сканирования по углам отстройки образца и анализатора.

Анализ поведения интегральной интенсивности, заключенной в пределах щели  $S$ , в процессе такого сканирования позволяет сделать вывод о существовании трех максимумов отражения. Каждый максимум возникает при таких комбинациях углов отстройки  $\theta$  и  $\varepsilon$ , когда две из трех наклонных полосы отражения (монохроматора, образца и анализатора) пересекаются в пределах полосы пропускания щели (см. рис. 29). Эти максимумы получили названия главного пика, псевдопика монохроматора и псевдопика анализатора.

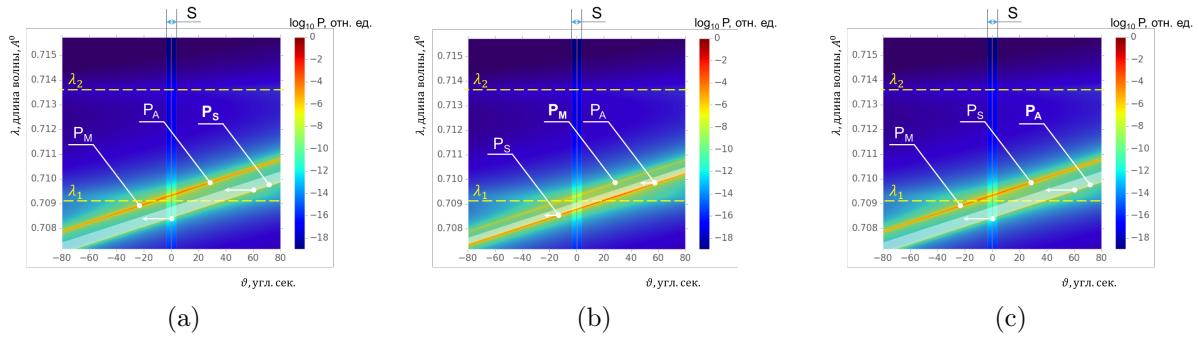


Рисунок 29 - Формирование карты рассеяния в прямом пространстве, вдоль направления главного пика (а), псевдопика монохроматора (б), псевдопика анализатора (в)

## Главный пик

Главный пик (ГП) формируется в случае отстройки кристалла-образца от точного угла Брэгга, и при повороте анализатора на  $\varepsilon = 2\theta$ , т.е. в том случае, когда образец поворачивается по отношению к падающему пучку в окрестности угла Брэгга, анализатор поворачивается таким образом, чтобы "ловить" дифрагированный пучок. Тогда выражение (2.3.7) примет частный вид:

$$P_{\text{ГП}}(\vartheta, \lambda, \theta, \varepsilon) = I_0 \cdot P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_A \left( 0 + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \quad (2.3.8)$$

Как видно на рис. 29а, линия отражения анализатора и образца перекрывают друг друга и пик формируется движением линии образца. Такой режим сканирования в экспериментальной практике называется  $\theta - 2\theta$  сканированием, угол поворота образца соответствует удвоенному углу поворота анализатора. В этом случае детектором регистрируется чисто зеркальная компонента отражения т.е., направляя на образец луч с фиксированными значениями отстройки  $\vartheta$  и длины волны  $\lambda$ , анализиру-

ется отраженный луч с той же энергией и угловой составляющей.

### **Псевдопик монохроматора**

Псевдопик монохроматора (ППМ) (рис. 29б) формируется, когда линия отражения образца и анализатора двигаются вместе, перекрываясь между собой. Угол отстройки образца и анализатора совпадает ( $\theta = \varepsilon$ ).

$$P_{\text{ППМ}}(\vartheta, \lambda, \theta, \varepsilon = \theta) = I_0 \cdot P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_A \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \Bigg]. \quad (2.3.9)$$

### **Псевдопик анализатора**

Псевдопик анализатора (ППА) формируется, когда монохроматор и образец находятся в точном брэгговском положении, перекрываясь между собой. Движение вдоль ППА осуществляется движением линии отражения анализатора на карте спектрально-углового распределения (рис. 29с). Угол отстройки образца и анализатора совпадает ( $\theta = 0$ ).

$$P_{\text{ППА}}(\vartheta, \lambda, \theta = 0, \varepsilon) = I_0 \cdot P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_S \left( 0 + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot \\ P_A \left( 0 - \varepsilon + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \Bigg]. \quad (2.3.10)$$

### **Интенсивность на детекторе**

Необходимо учитывать что детектирующее устройство фиксирует интегральную интенсивность в пределах аппертуры щелевого коллиматора

и по всем длинам волн. Таким образом, общее выражение для интегральной интенсивности трехкратно отраженного монохроматором, образцом и анализатором излучения рентгеновской трубки, попавшего в детектор через щелевой коллиматор, в зависимости от углов отстройки от точного брэгговского положения образца  $\theta$  и анализатора  $\varepsilon$  записывается в следующем виде:

$$P_{triple}(\theta, \varepsilon) = \sum_{\lambda=-\infty}^{\infty} g_{\lambda}(\lambda) \cdot \sum_{\vartheta=\vartheta_{s1}}^{\vartheta_{s2}} \left[ g_{\vartheta}(\vartheta) g_S(\vartheta) \cdot P_M \left( \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot P_S \left( \theta + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \cdot P_A \left( 2\theta - \varepsilon + \vartheta - \frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \operatorname{tg}(\theta_B) \right) \right], \quad (2.3.11)$$

где пределы суммирования определяются щелевым коллиматором  $\vartheta_{s2} = -\vartheta_{s1} = \frac{\delta+S_1}{2L_1}$ .

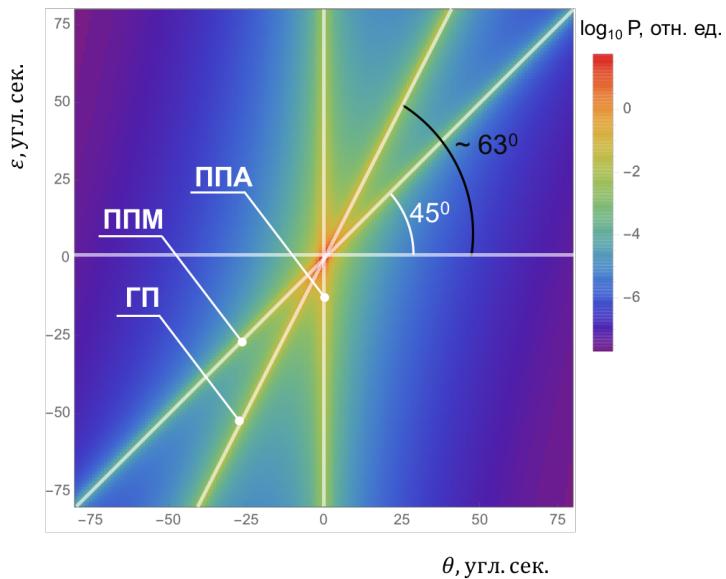


Рисунок 30 - Двумерная карта трехкристальной рентгеновской дифракции в координатах "отстройка образца  $\theta$ " "отстройка анализатора  $\varepsilon$ "

Анализ показывает, что ГП находится под углом  $63.4^\circ$ , т.к. сканиро-

вание осуществляется вдоль  $\varepsilon = 2\theta$ , а  $\arctg\left(\frac{\varepsilon}{\theta}\right) = 63.4^\circ$ . ППМ образует угол  $45^\circ$ , т.к.  $\varepsilon = \theta$ .

### 2.3.6.2 Карта рассеяния в обратном пространстве

Удобным для интерпретации является построение трехкристальных карт в обратном пространстве. Переход в обратное пространство позволяет исключить из рассмотрения особенности конструкции дифрактометра и типов сканирований, проводимых в эксперименте. Угловые положения падающего и дифрагированного пучков определяют вектор рассеяния  $\vec{q}$ . Такой вектор можно разложить на составляющие:  $q_z$  - вертикальную составляющую, направленную перпендикулярно к отражающей атомной плоскости и  $q_x$  - горизонтальную составляющую, лежащую в отражающей плоскости (рис. 31).

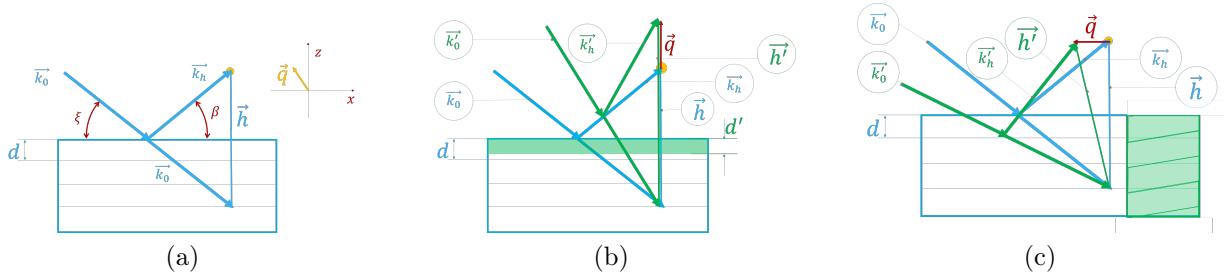


Рисунок 31 - Отклонение вектора обратной решетки от соответствующего идеальному кристаллу (a) при деформации кристаллической решетки (b) и угловой разориентации отражающих плоскостей (c)

Для симметричного отражения параметры  $q_x$  и  $q_z$  связаны с отклонением образца  $\theta$  и анализатора  $\varepsilon$  от точного брэгговского положения следующими уравнениями [?]:

$$q_x = \frac{\varepsilon}{|\vec{k}_0|} \cos \theta_B, \quad (2.3.12)$$

$$q_z = \frac{2\theta - \varepsilon}{|\vec{k}_0|} \sin \theta_B. \quad (2.3.13)$$

Таким образом, сканирование образцом ( $\omega$  - сканирование) влияет

только на  $q_x$ , а сканирование анализатором ( $2\theta$  - сканирование) влияет на обе компоненты, изменение только одного  $q_z$  достигается за счет  $\theta - 2\theta$  сканирования.

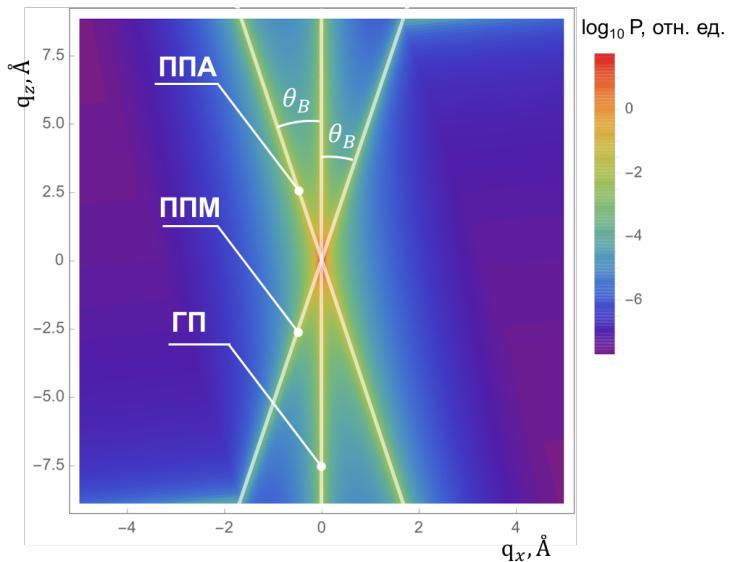


Рисунок 32 - Карта рассеяния в обратном пространстве

Углы между ППА, ГП и ППМ определяются исходя из соотношений (2.3.12, 2.3.14) и равны углу Брэгга образца:

$$\frac{q_y}{q_z} = \frac{2\theta - \varepsilon}{\varepsilon} \cdot \operatorname{tg}(\theta_B) = \pm \operatorname{tg}(\theta_B). \quad (2.3.14)$$

### 2.3.7. Методика расчета пьезоэлектрических констант по данным дифракции

Согласно сказанному в разделе 1.5, в определенных кристаллографических направлениях при воздействии внешнего электрического поля, будет возникать деформация сжатия или растяжения. Этим деформациям соответствует изменение межплоскостного расстояния, которое может быть измерено с помощью дифракции рентгеновского излучения, а именно, по измерению углового сдвига дифракционного пика [15].

Исходя из закона Вульфа - Брэгга, если межплоскостное расстояние

получило приращение  $\Delta d$ , тогда:

$$\Delta d = \frac{\lambda}{2} \left( \frac{1}{\sin(\theta_B + \Delta\theta)} - \frac{1}{\sin \theta_B} \right),$$

а изменение угла отражения  $\Delta\theta$  составит:

$$\Delta\theta = -\frac{\operatorname{tg} \theta_B}{\frac{d}{\Delta d} + 1} = -\frac{\Delta d}{d} \operatorname{tg} \theta_B, \quad (2.3.15)$$

где  $\Delta d/d = r$  - относительное изменение межплоскостного расстояния. Таким образом, учитывая связь с (1.5.1), в кристалле толщиной  $L$  и разностью потенциалов на его гранях  $V$  напряженность электрического поля составляет  $E = \frac{V}{L}$ , а относительная деформация, необходимая для вычисления пьезомодуля рассчитывается исходя из следующего выражения:

$$\frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta\theta \cdot L}{V \operatorname{tg} \theta_B}. \quad (2.3.16)$$

Выражение (2.3.16) было использовано в [7, 15, 29, 30] для пересчета углового сдвига брэгговского максимума в величину пьезоэлектрического модуля. Следует отметить, такой подход не является общим и имеет существенные ограничения при измерении, например, сдвиговых пьезомодулей, а также в том случае, если параметр решетки в направлении деформации определяется величиной более чем одного пьезомодуля  $d_{ij}$ .

На рис. 33 изображена триклиничная элементарная ячейка (в качестве общего случая), а также обозначены кристаллографические направления по отношению к декартовой системе координат.

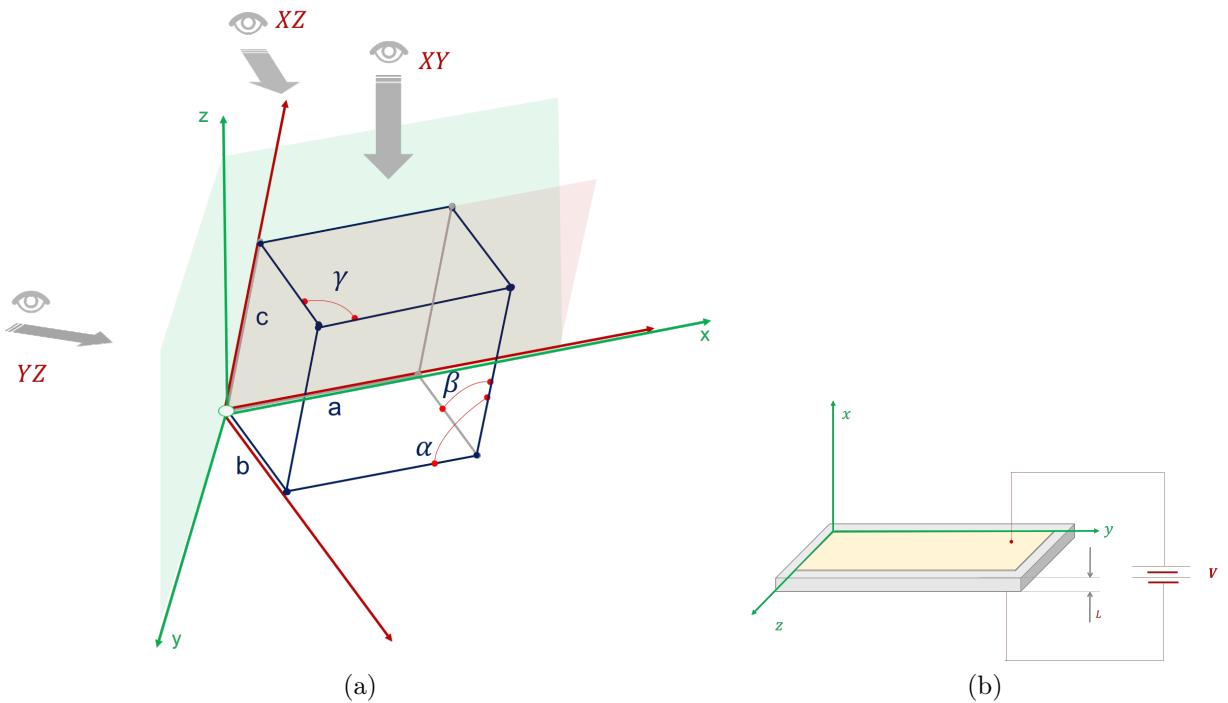


Рисунок 33 - Триклиновая ячейка в декартовой системе координат (а),  
х-срез кристалла с напыленными на поверхность электродами (б)

Дальше приведено рассмотрение деформационного поведения элементарной ячейки при работе пьезоэлектрического эффекта в частном случае для кристалла LGT, в котором поле, приложенное вдоль направления X, вызывает деформации в соответствии с пьезомодулями  $d_{11}$ ,  $d_{12}$  и  $d_{14}$  (2.2).

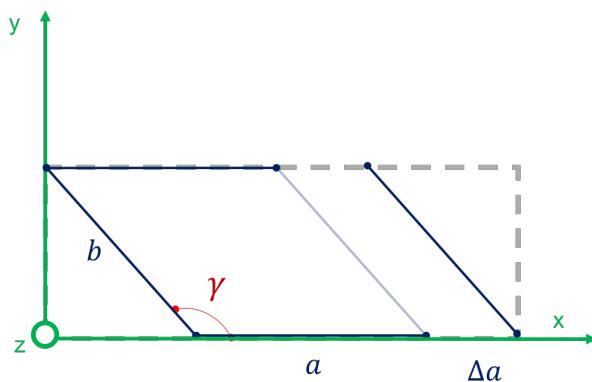


Рисунок 34 - Схематичное изображение действия пьезомодуля  $d_{11}$  на  
элементарную ячейку LGT

Пьезомодуль  $d_{11}$  характеризуется относительной деформацией растяжения/сжатия  $\Delta x/x$ , деформация вдоль оси  $x$  соответствует изменению параметра решетки  $a$  на величину  $\Delta a = d_{11} \cdot a$ . Если перпендикулярно

оси  $x$  вырезать пластиинку толщиной  $L$  (рис. 33б), и на обкладки такого конденсатора подать напряжение  $V$ , то "новый" параметр решетки  $a'$  будет равен:

$$a' = a \left( 1 + \frac{d_{11} \cdot V}{L} \right). \quad (2.3.17)$$

Пьезомодуль  $d_{12}$  характеризуется относительной деформацией растяжения/сжатия  $dy/y$ , вследствие приложенного электрического поля вдоль направления  $x$ , ячейка деформируется по нескольким параметрам одновременно. В таком случае происходит не только увеличение параметра  $b$ , но и изменение угла  $\gamma$  (рис. 35).

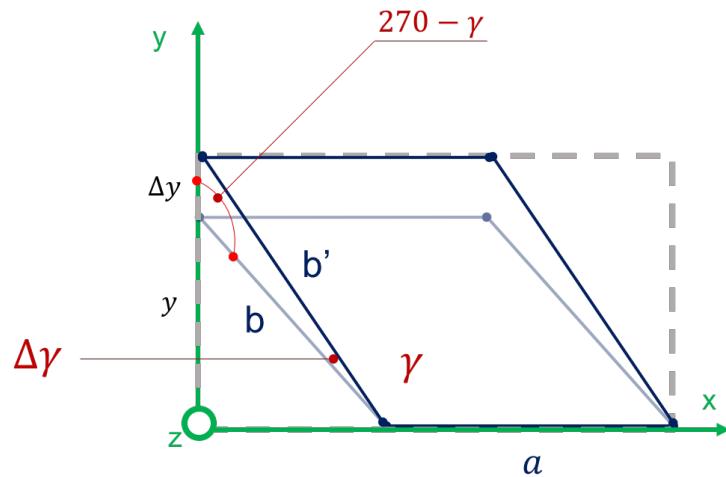


Рисунок 35 - Вклад пьезоэлектрического модуля  $d_{12}$  в деформационное поведение элементарной ячейки, вид сверху ( $XY$ )

Исходя из теоремы косинусов измененный параметр  $b'$  можно найти по формуле:

$$b'^2 = dy^2 + b^2 - 2 \cdot dy \cdot b \cdot \cos(270 - \gamma),$$

$$b' = b \sqrt{2 \sin^2 \gamma \cdot d_{12} + 1}. \quad (2.3.18)$$

Из теоремы синусов выводится измененный параметр  $\gamma'$

$$\frac{\sin(270 - \gamma)}{b'} = \frac{\sin(\Delta\gamma)}{dy},$$

$$\gamma' = \gamma + \frac{\cos \gamma \cdot \sin \gamma \cdot d_{12}}{\sqrt{\sin^2 \gamma (d_{12}^2 + 2d_{12}) + 1}}. \quad (2.3.19)$$

Сдвиговый пьезомодуль  $d_{14}$  характеризует относительную деформацию  $dy/z$  и его действие обуславливается не только изменением угла  $\beta$ , но параметром  $c$  (рис. 36).

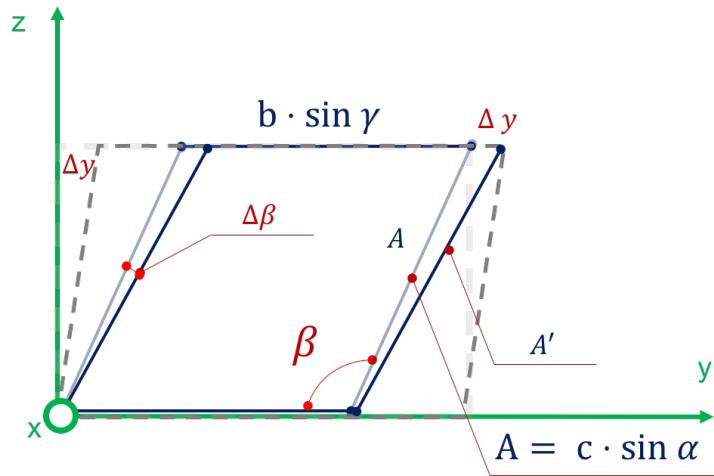


Рисунок 36 - Схематичное изображение действия модуля  $d_{14}$  на деформацию ячейки, вид ( $YZ$ )

В соответствии с теоремой косинусов получим зависимость величины сдвига от параметра решетки  $c$ , который находится под наклоном к плоскости  $YZ$  на угол  $\alpha$  и определяется выражением:

$$\Delta y^2 = A^2 + A'^2 - 2A'A \cdot \cos \Delta\beta.$$

В приближении по малому углу  $\Delta\beta$  величина сдвига  $\Delta y$  будет определяться разностью длин сторон треугольника

$$dy = A' - A.$$

Из теоремы синусов приращение угла  $\beta$  задается выражением,

$$\Delta\beta = \frac{\Delta y \cdot \sin \beta}{A + \Delta y},$$

где

$$dy = d_{14} \cdot c \cdot \sin \alpha \cdot \sin \beta.$$

Тогда конечные выражения для измененных под действием модуля  $d_{14}$  параметров элементарной ячейки выглядят следующим образом:

$$\Delta\beta = \frac{d_{14} \cdot \sin^2 \beta}{1 + d_{14} \sin \beta}, \quad (2.3.20)$$

$$c' = c(1 + d_{14} \sin \beta). \quad (2.3.21)$$

Для того, чтобы получить значение угла смещения брэгговского максимума, необходимо рассчитать межплоскостные расстояния соответствующих системе атомных плоскостей для выбранных индексов отражения до (недеформированная ячейка) и после (деформированная) приложения электрического поля.

### 2.3.8. Методика экспериментального определения пьезоэлектрических констант по данным рентгеновской дифракции

#### 2.3.8.1 Статический метод

Метод двухкристальной дифрактометрии широко распространен для исследования пьезоэлектрических свойств [24] - [27]. Для того, чтобы зафиксировать смещение пика двухкристальной КДО, необходимо измерить кривую дифракционного отражения до и после приложения напряжения (рис. 37).

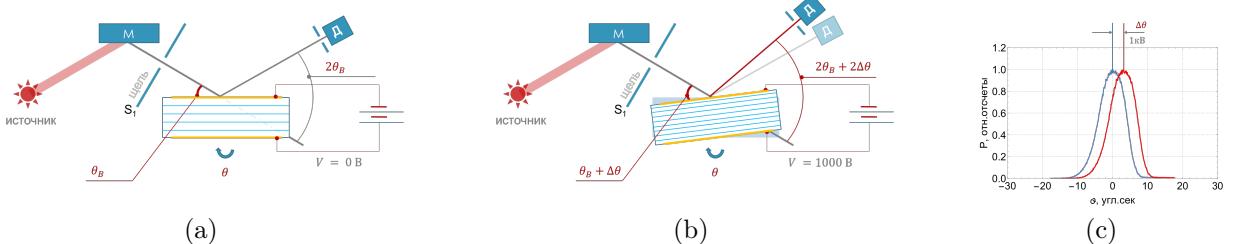


Рисунок 37 - Схематичное представление методики измерения положения брэгговского максимума в отсутствии электрического поля (а), под действием электрического поля (б), изменение положения максимума КДО под действие электрического поля (с)

Такой метод не позволяет отследить динамику кристаллической решетки в момент приложения электрического поля, т.к. время за которое измеряется КДО на лабораторном источнике составляет десятки секунд.

### 2.3.8.2 Времяразрешающий метод

Другой метод предложенный авторами [28] заключается в измерении интенсивности дифрагированного образцом излучения при фиксированной отстройке от точного брэгговского угла кристалла образца в двухкристальной геометрии.

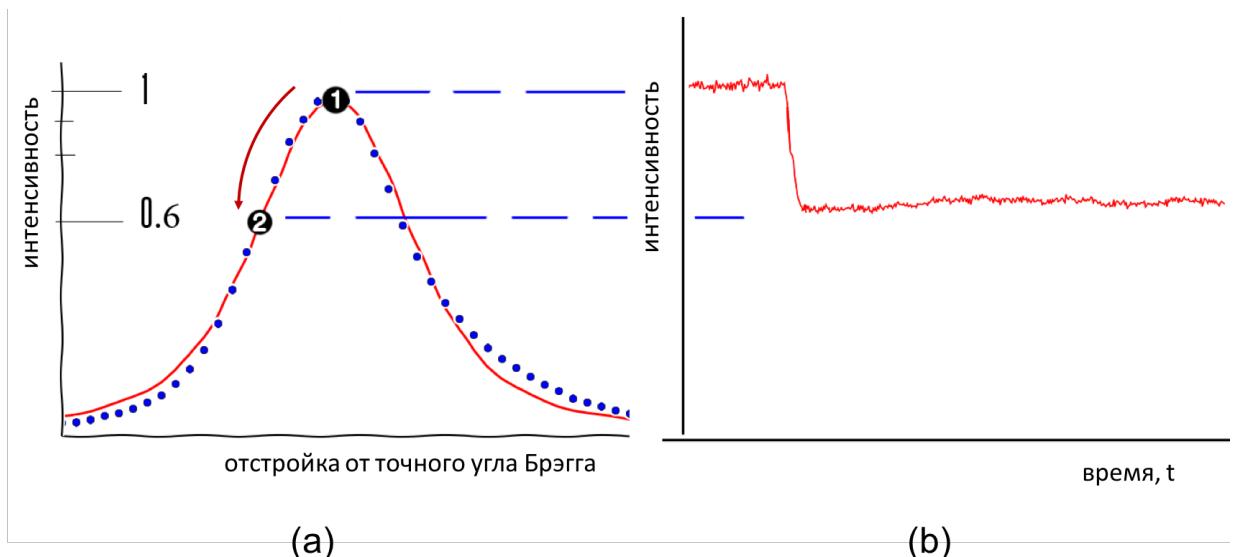


Рисунок 38 - Отстройка кристалла из точного брэгговского положения в положение, соответствующее склону КДО (а) и соответствующее изменение интенсивности сигнала на детекторе (б)

Другими словами, необходимо выставить образец в угловое положение,

соответствующее склону КДО. В таком случае, при смещении КДО в результате пьезоэффекта будет наблюдаться резкое изменение интенсивности при неподвижном образце, т.е при таком подходе даже не требуется проводить измерение КДО, зная точно ее форму и скачок интенсивности вызванный внешним воздействием. Несмотря на то, что данный подход позволяет существенно улучшить временное разрешение метода, он применим лишь для тех случаев, когда профиль КДО не изменяется под воздействием поля.

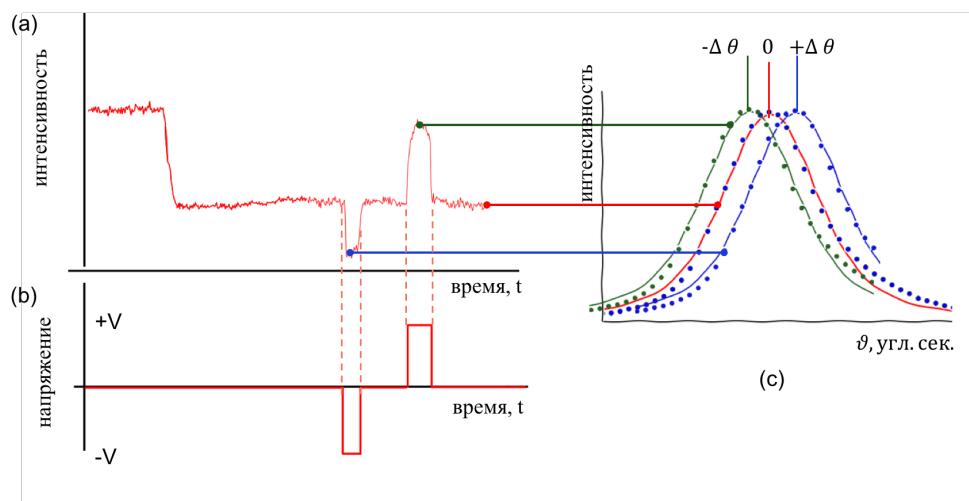


Рисунок 39 - Интенсивность сигнала на детекторе (а); величина приложенного напряжения к поверхности кристалла (б); восстановленное положение КДО (с)

Из рис. 39 видно, что время, за которое деформируется кристалл в результате пьезоэффекта, много меньше разрешающей способности даже данного метода.

### 3. Результаты и обсуждения

#### 3.1. Аппаратная функция

##### 3.1.1. Угловая составляющая аппаратной функции

В качестве аprobации разработанных алгоритмов моделирования (см. 2.3.1, 2.3.2) были проведены расчеты для экспериментальной схемы изображенной на рис. 40а.

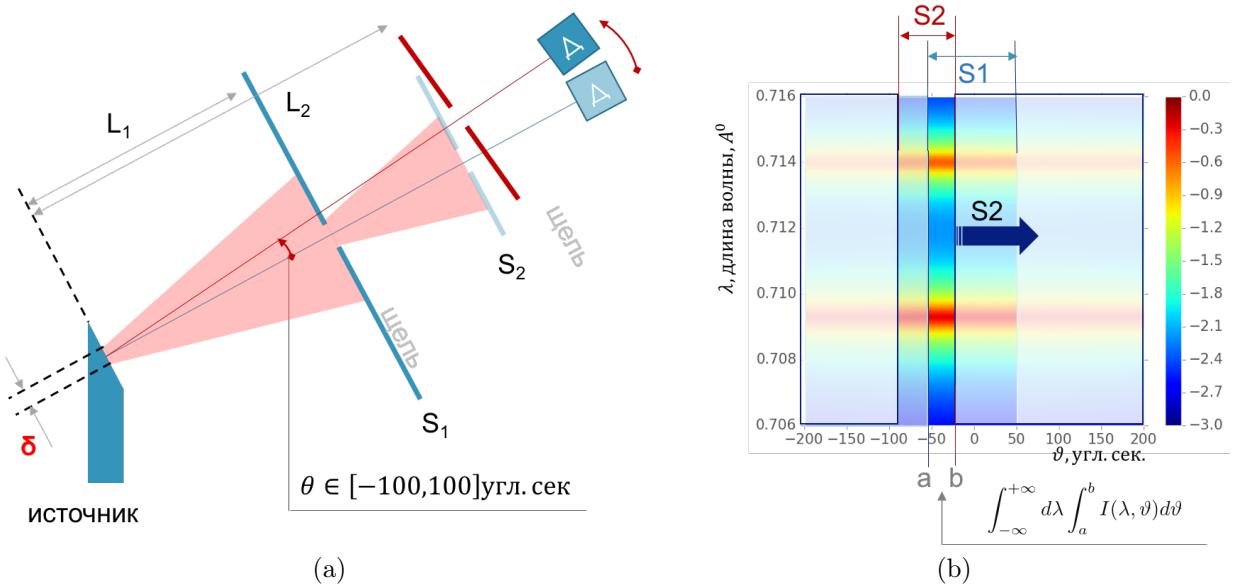


Рисунок 40 - (а) Схема эксперимента в отсутствии отражающих элементов, (б) принцип интегрирования в случае точечного источника рентгеновского излучения, для случая протяженного см. Приложение 3

В виду отсутствия линейного детектора для прямого наблюдения углового распределения интенсивности рентгеновского пучка после его прохождения через систему щелевых коллиматоров (рис. 40а), возникает необходимость изменять угловое положение второго щелевого коллиматора (\$S\_2\$) и измерять суммарную интенсивность за ним. Подобные измерения были проведены для различных значений щелевых коллиматоров \$S\_1\$ и \$S\_2\$ (рис. 43)

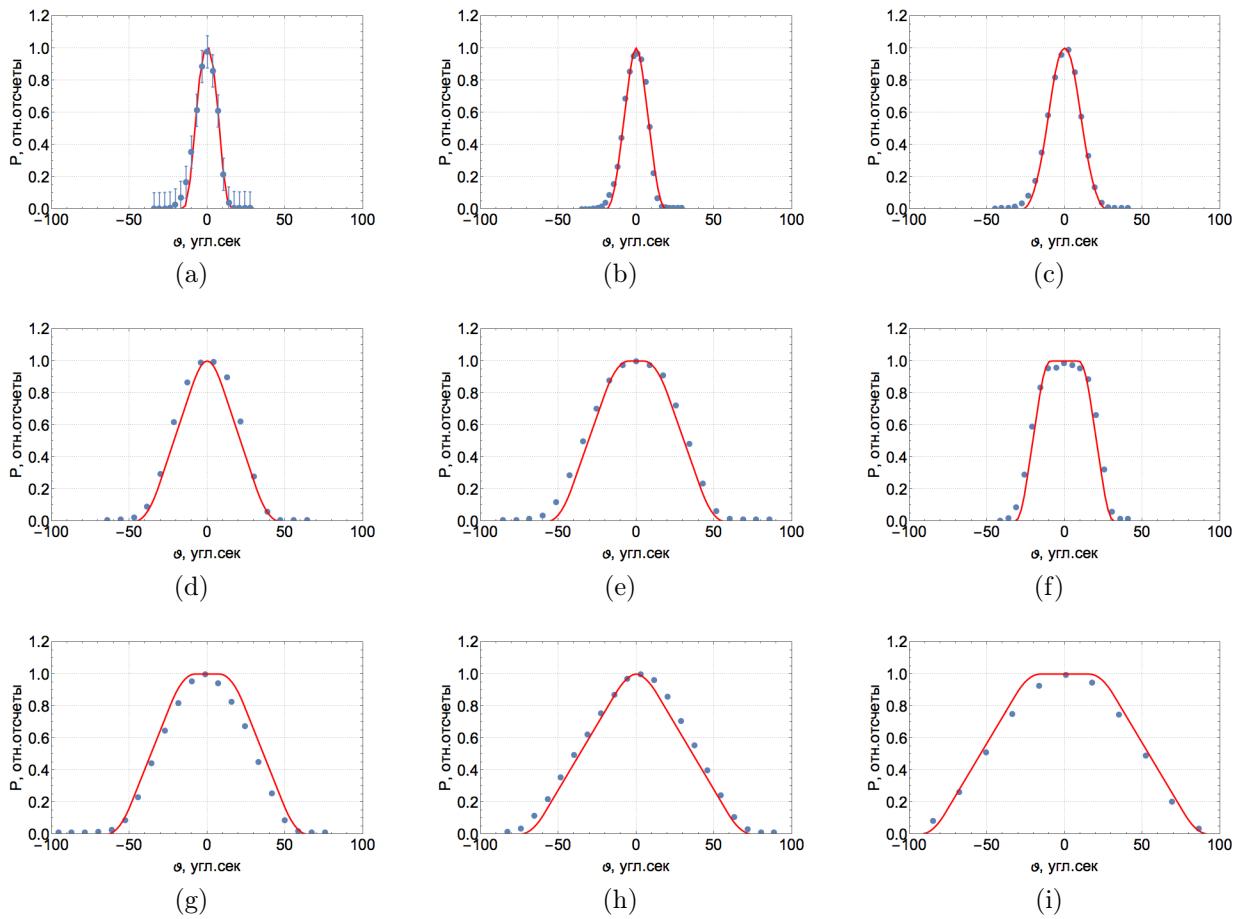


Рисунок 41 - Угловое распределение интенсивности для системы из двух щелевых коллиматоров, находящихся на расстоянии  $L_1 = 570\text{мм}$  и  $L_2 = 1005\text{ мм}$  соответственно (линейный размер источника  $\delta = 0.1\text{ мм}$ ).  
расчет(красная линия) и эксперимент (синие точки):  $S_1 = 20\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 40\text{ мкм}$  (а),  $S_1 = 40\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 40\text{ мкм}$ (б),  $S_1 = 50\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 100\text{ мкм}$  (в),  $S_1 = 100\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 200\text{ мкм}$  (г),  $S_1 = 100\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 300\text{ мкм}$  (д),  $S_1 = 200\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 20\text{ мкм}$  (е),  $S_1 = 200\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 200\text{ мкм}$  (ж),  $S_1 = 200\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 300\text{ мкм}$  (з),  $S_1 = 200\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 300\text{ мкм}$  (и),  $S_1 = 300\text{ мкм}$ ;  $S_2 = 300\text{ мкм}$  (и)

Как видно рис. 43, наблюдается сходимость экспериментальных данных с расчетными. Интеграл угловой функции сильно зависит от параметров схемы: расстояний между щелевыми коллиматорами и источником и размеров щелевых коллиматоров. Анализа данной серии экспериментов позволил уточнить линейный размер источника  $\delta = 0.1\text{мм}$ , значение которого было использовано во всех дальнейших расчетов.

### 3.1.2. Спектральная составляющая аппаратной функции

Так как в случае лабораторного источника рентгеновское излучение имеет некое угловое (см. 2.3.1) и спектральное распределение, для рентгеноdifракционных исследований требуется монохроматор, принцип действия которого был описан в разделе 2.3.4. Исходный пучок, отражаясь от кристалла (схема на рис. 21), разделяется в пространстве в соответствие с условием Вульфа-Брэгга.

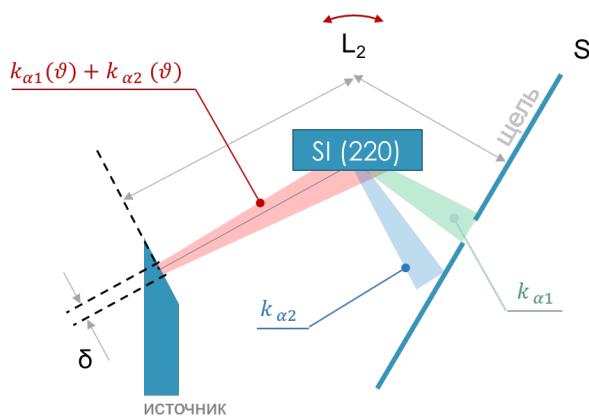
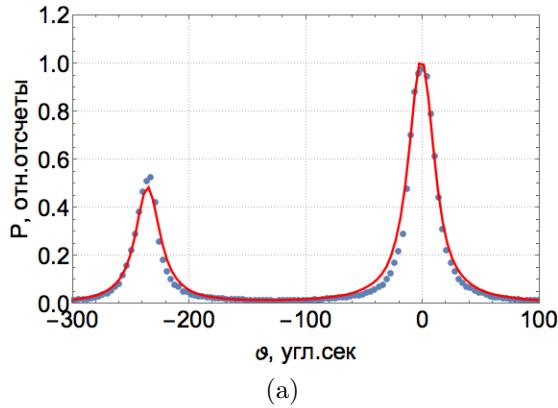


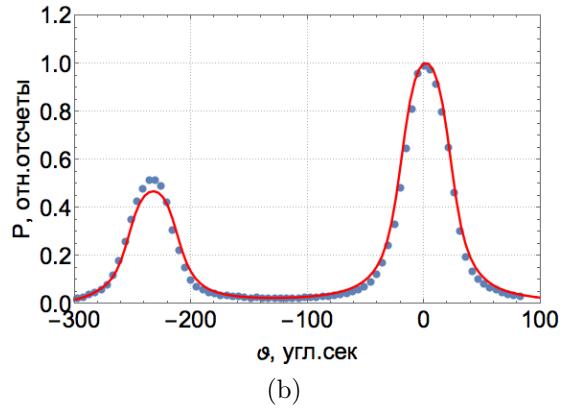
Рисунок 42 - ПРинцип действия монокристального монохроматора: лучи с разной энергией отражаются под разными углами в соответствии с законом Вульфа-Брэгга

Угловое распределение характеристического излучения после его отражения от монохроматора (по сути, вид спектра источника излучения) может быть получено в эксперименте с помощью двух видов сканирования: поворота образца при неподвижном детекторе, либо сканированием разложенного в пространстве с помощью монохроматора спектра посредством поворота детектора с установленной перед ним узкой щелью.

На рис. 43 представлен вид спектра рентгеновской трубки с молибденовым анодом, полученный путем первого вида сканирования. В качестве монохроматора был использован Si(220)



(a)



(b)

Рисунок 43 - Угловая зависимость интенсивности рентгеновского излучения после отражения характеристического излучения от кристалла монохроматора: расчет - (красная линия), эксперимент - (синие точки) для  $S = 50$  мкм; полуширина  $k_{\alpha 1}$  линии ( $\vartheta = 0$ ) составляет около 30 угл.сек. (а),  $S = 200$  мкм; полуширина  $k_{\alpha 1}$  линии ( $\vartheta = 0$ ) составляет около 50 угл.сек. (б)

Результат сравнения экспериментальной картины дифракции и моделирования подтверждает правильность выбора функции спектра рентгеновской трубы (2.3.1), в виде суммы двух функций Лоренца, взятых с весовыми коэффициентами. Также из сравнения экспериментальных и расчетных данных можно сделать вывод, что тормозным излучением рентгеновской трубы при расчетах можно пренебречь.

## 3.2. Двухкристальные КДО

### 3.2.1. Бездисперсионная схема

На рис. 44 приведены бездисперсионные двухкристальные КДО, рассчитанные в соответствии с выражением (2.3.6). В качестве кристалла монохроматора и образца был выбран монокристалл кремния с системой отражающих плоскостей (220), эксперимент проводился в соответствии со схемой, представленной на рис. 24а.

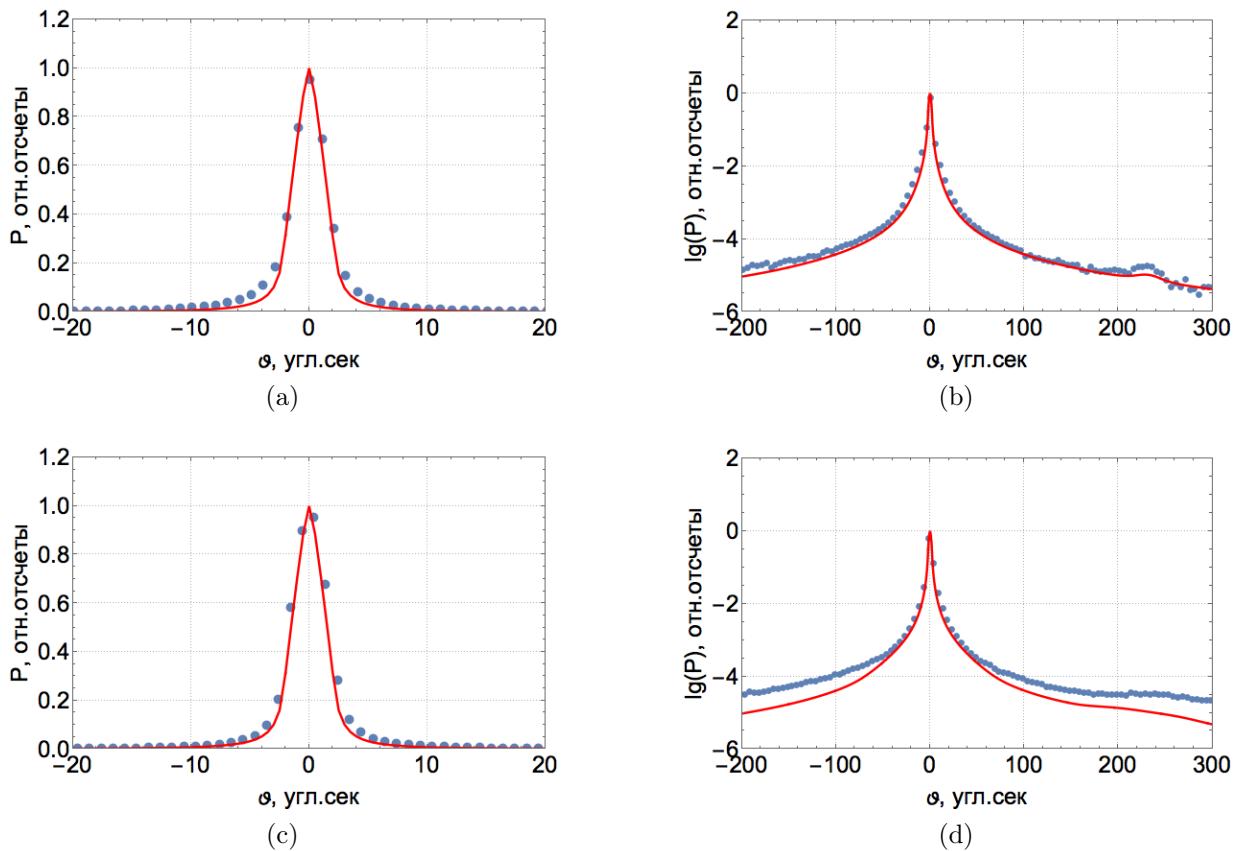


Рисунок 44 - Двухкристальная бездисперсионная КДО для схемы с установленными кристаллом-монохроматором Si(220) и образцом Si(220). Расстояние до щелевых коллиматоров составляет  $L_1 = 570$ мм,  $L_2 = 1005$  мм соответственно. Линейный размер источника  $\delta = 0.1$  мм.

Расчет - (красная линия), эксперимент - (синие точки). Результаты приведены для размеров щелевых коллиматоров  $S_1 = 20$  мкм;  $S_2 = 40$  мкм (а),  $S_1 = 20$  мкм;  $S_2 = 40$  мкм (б),  $S_1 = 300$  мкм;  $S_2 = 200$  мкм (с),  $S_1 = 300$  мкм;  $S_2 = 200$  мкм (д)

На рис. 44б видно, что наряду с главным пиком, соответствующим  $K_{\alpha 1}$  - линии излучения, на которую настроен монохроматор, присутствует вклад от соседней характеристической линии  $K_{\alpha 2}$ . Впервые, на это свойство двухкристальных КДО, получаемых в бездисперсионной схеме в случае использования рентгеновской трубки было указано авторами работы [20].

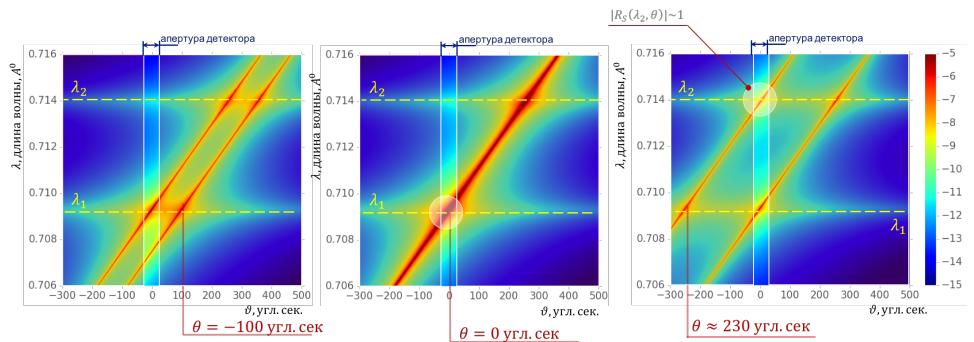


Рисунок 45 - Схематичное объяснение эффекта образования дополнительного пика на двухкристальных КДО с помощью спектрально-углового представления

На рис. 45 наглядно изображен механизм формирования дополнительного пика, соответствующего  $K_{\alpha 2}$  - составляющей спектра. В точке образования пика ( $\theta = 230$  угл.сек.), коэффициент отражения (см. 2.3.6) для кристалла образца при длине волны  $\lambda_2$  максимален (в случае кристалла Si равен 1). Но отражение от монохроматора в этой точке является слабым, т.о. интенсивность дополнительного пика на 5 порядков меньше интенсивности основного, в отличие когда реализуется сильное отражение от обоих кристаллов. Необходимо отметить, что пик фактически существует вне зависимости от размера щелевых коллиматоров, но при достаточно больших размерах (200 мкм.) пропадает на фоне хвостов КДО  $K_{\alpha 1}$  - линии.

### 3.2.2. Дисперсионная схема

Дисперсия возникает в том случае, когда есть спектральная расходимость источника, и угол Брэгга монохроматора отличается от угла Брэгга исследуемого кристалла-образца (рис. 46а).

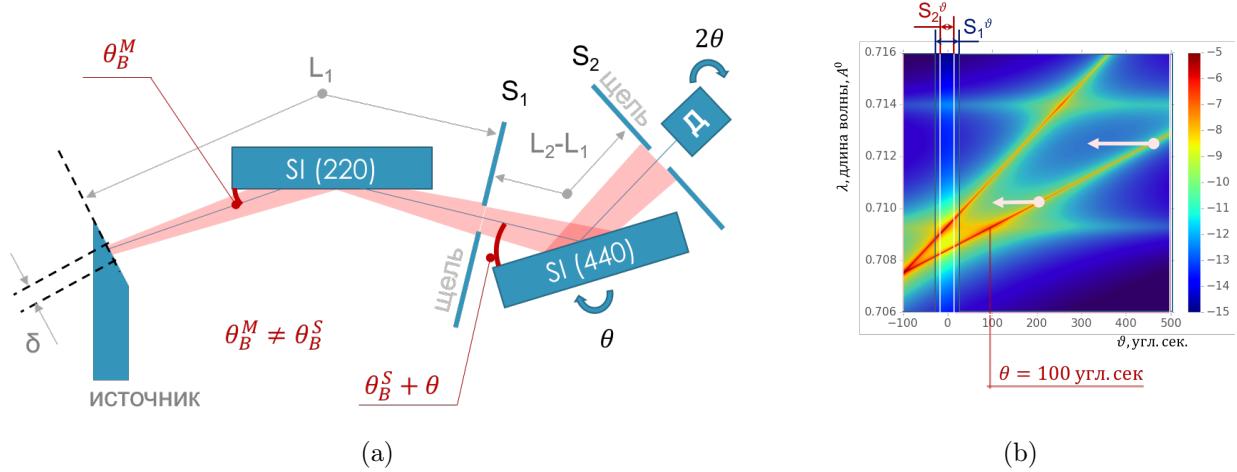


Рисунок 46 - Дисперсионная схема дифракции в реальном пространстве (а) и в спектрально-угловом представлении (б)

Факт наличия дисперсии можно проанализировать на спектрально-угловом распределении (рис. 46б). Линия отражения образца в этом случае не параллельна линии отражения монохроматора, и в области, близкой к точному брэгговскому отражению для обоих кристаллов происходит не наложение одной полосы на другую, как в случае бездисперсионной схемы, а лишь их пересечение. Легко заметить что кривая отражения будет уширенной (рис. 47). В связи с вышесказанным можно сделать вывод, что диапазон поворота образца, при котором происходит эффективное отражение одновременно и от него и от монохроматора, значительно увеличится, что напрямую является причиной уширения КДО в дисперсионной схеме по сравнению с бездисперсионной.

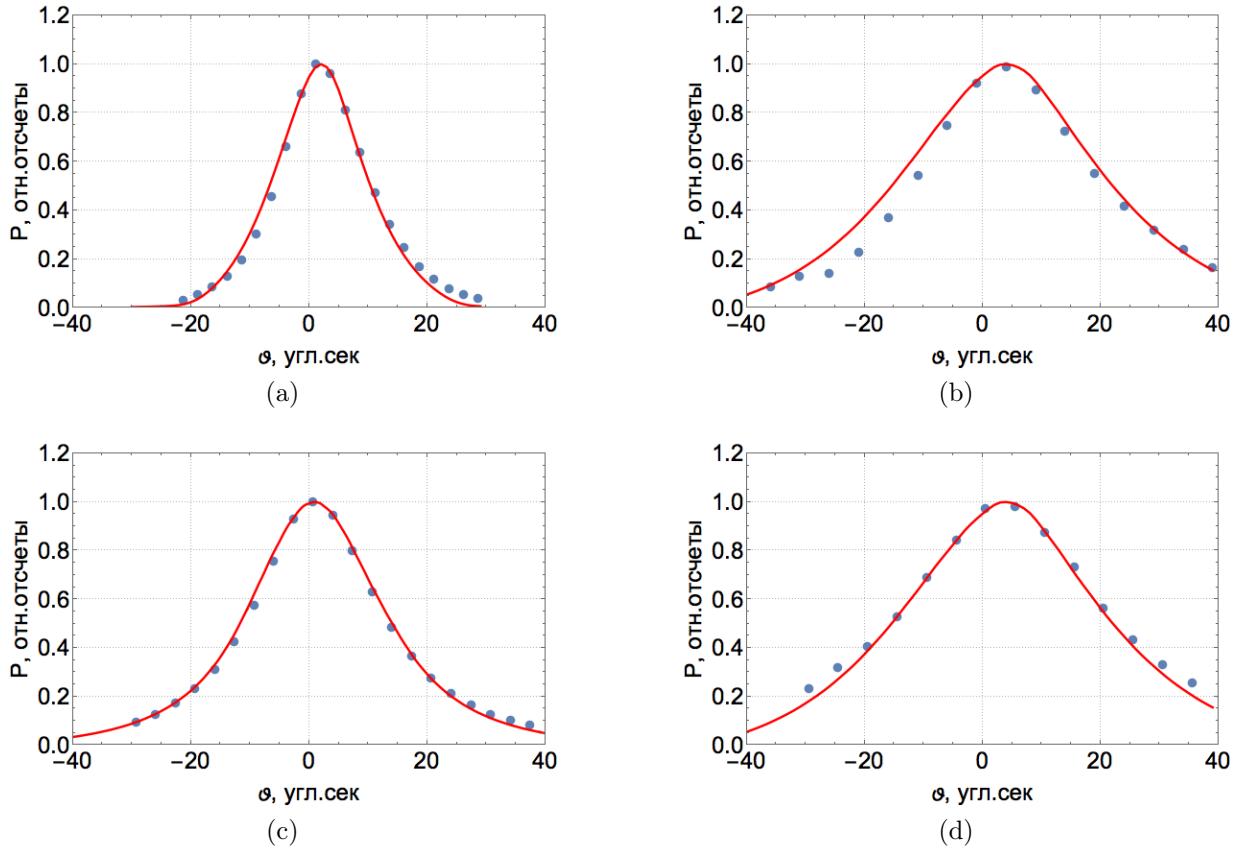


Рисунок 47 - Двухкристальная КДО для схемы с кристаллом монохроматором Si(220) -  $\theta_B = 10.6^\circ$  для дисперсионного случая и разных размеров щелевых коллиматоров: образец Si(440) -  $\theta_B = 21.7^\circ$ ,  $S_1 = S_2 = 100$  мкм (а), образец Si(660) -  $\theta_B = 33.7^\circ$ ,  $S_1 = S_2 = 100$  мкм (б), образец Si(440) -  $\theta_B = 21.7^\circ$ ,  $S_1 = S_2 = 300$  мкм (с), образец Si(660) -  $\theta_B = 33.7^\circ$ ,  $S_1 = S_2 = 300$  мкм (д)

Дисперсия приводит к уширению КДО, величина которого может превышать полуширину собственных бездисперсионных двухкристальных КДО в несколько раз. В дисперсионной схеме дифракции существенно заметно влияние размера щелевых коллиматоров на полуширину КДО в отличии от бездисперсионной (см. раздел 3.2.1).

$$f_d^2 = \frac{f_S^2}{b_S} + \frac{f_M^2}{b_M} + \left( \frac{\Delta\lambda}{\lambda} (\operatorname{tg}(\theta_B^S) - \operatorname{tg}(\theta_B^M)) \right)^2. \quad (3.2.1)$$

Так же существует формула (3.2.1) [35] которая выводится в приближении гауссовской формы собственной кривой отражения от кристалла и позволяет приближенно оценить полуширину двухкристальных КДО с учетом дисперсии. Дисперсионное слагаемое, последнее в (3.2.1) возника-

ет из условия Вульфа-Брэгга. Только точный учет дисперсии позволит производить адекватный анализ собственных кривых образца. Безусловно, оценка дисперсионности схемы важна и при исследовании пьезоэффекта.

### 3.2.3. Учет асимметрии отражения

Для оценки вклада асимметрии, на рис. 48 приведены результаты двухкристального эксперимента, где в качестве кристалла образца и монохроматора использовался кристалл кремния Si(440), но образец был взят таким образом, что плоскости (440) располагались под углом  $\varphi = 20^{\circ}53'$  к поверхности.

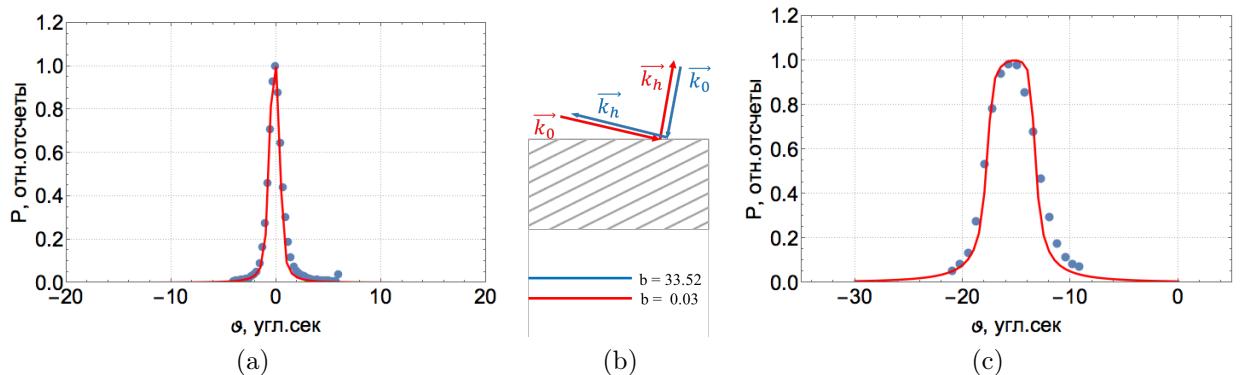


Рисунок 48 - Двухкристальная КДО для схемы с установленным кристаллом монохроматором Si(440) и асимметричным образцом Si(440), угол разориентации поверхности которого  $\varphi = 20^{\circ}53'$ . Результаты представлены для разных углов падения  $b = 33.52$ ,  $\varphi > 0$  (а),  $b = 0.03$ ,  $\varphi < 0$  (с). Размер щелевых коллиматоров  $S_1 = S_2 = 50$  мкм

Результаты, полученные в ходе эксперимента, находятся в согласии с теорией В целом, изучение эффекта ассиметрии позволяет сделать вывод, что при использовании резко асимметричных рефлексов возможно получать двухкристальные КДО, по своей форме близкие к собственным кривым образца.

### 3.3. Влияние внешнего электрического поля на двухкристальные КДО

#### 3.3.1. Изменение профиля КДО при пьезоэффе

В результате пьезоэлектрического эффекта происходит деформация кристаллической решетки. Данный эффект, очевидно, будет влиять на КДО, а именно, на ее угловое положение и профиль. Изменение профиля КДО может быть вызвано несколькими физическими процессами:

1. Изменение профиля может происходить за счет изменения структурного фактора при пьезоэффе. Данный эффект не рассматривается в рамках настоящей работы. В первом приближении можно ограничиться случаем однородной деформации решетки кристалла. Такая деформация описывается матрицей пьезомодулей, вследствие чего относительное расположение атомов внутри элементарной ячейки остается постоянным, как и структурный фактор.

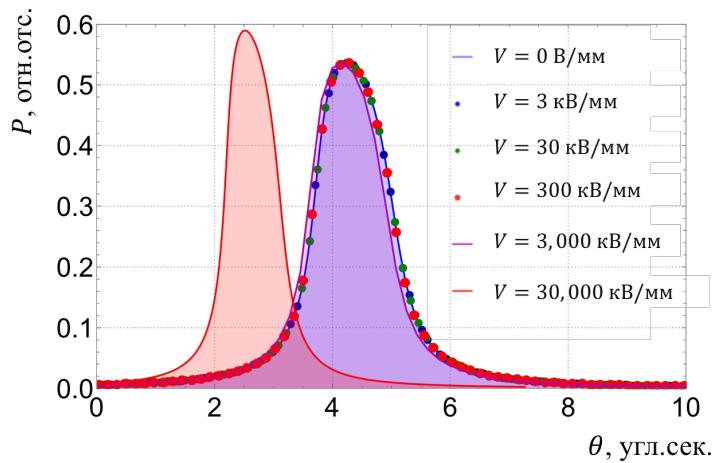


Рисунок 49 - Изменение профиля собственной КДО для кристалла LGT(220) в зависимости от величины внешнего электрического поля для  $MoK_{\alpha}$  - излучения

Стоит отметить, что учет анизотропии деформации решетки, вызванный различной чувствительностью атомов разных сортов к электрическому полю, является актуальной и интересной задачей, решение которой с помощью рентгеновской дифракции может стать существенным шагом на

пути понимания природы пьезоэффекта.

2. Профиль кривой также может изменяться вследствие изменения степени дисперсионности экспериментальной схемы. При пьезоэффекте меняется межплоскостное расстояние образца, а значит и его угол Брэгга. Таким образом, может возникать дисперсионное уширение или сужение КДО и изменение интегральной интенсивности отраженного пучка (см. 3.2.2) в зависимости от увеличения или уменьшения разности углов Брэгга образца и монохроматора под воздействием внешнего электрического поля. Для оценки этого эффекта был проведен расчет, который заключался в оценке полуширины результирующей двухкристальной КДО в зависимости от параметра решетки образца и, как следствие изменения угла Брэгга (рис. 50).

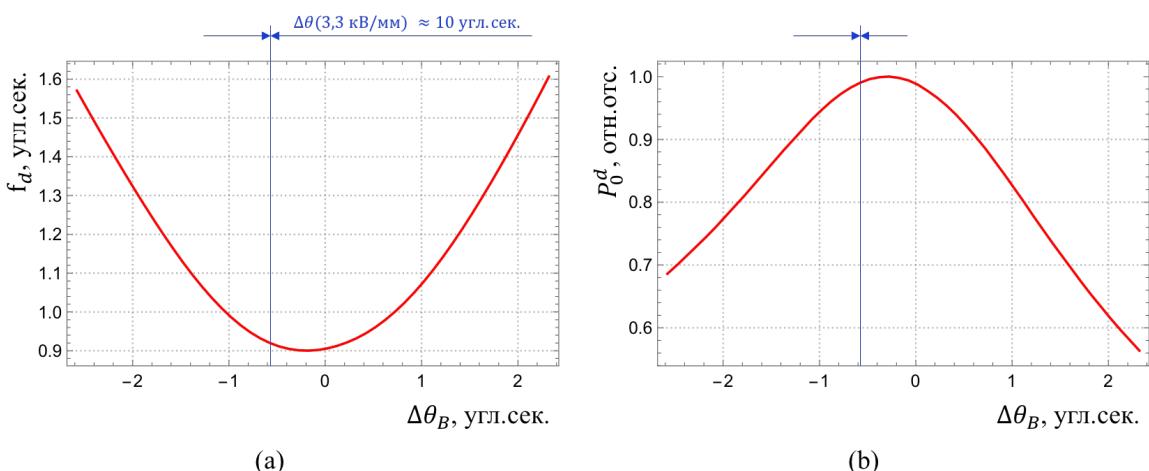


Рисунок 50 - Зависимость полуширины двухкристальной КДО  $f_d$  (а) и амплитуды в максимуме КДО  $P_0^d$  (б) от разности углов Брэгга  $\Delta\theta_B = \theta_B^S - \theta_B^M$  кристаллов образца (S) и монохроматора (M). Углы Брэгга монохроматора Si (440) -  $\theta_B^M = 21.6785^\circ$  и образца LGT(260) -  $\theta_B^S = 21.0328^\circ$ , источник  $MoK_\alpha$  - излучение

На основании анализа полученных результатов можно сделать вывод, что минимальная полуширина двухкристальной КДО соответствует случаю, когда углы Брэгга обоих кристаллов в точности совпадают. С увеличением дисперсионности схемы происходит монотонное увеличение полуширины КДО. Вместе с тем стоит отметить, что при тех деформациях кристаллической решетки, которые возникают при пьезоэффекте, измене-

ние дисперсионности схемы настолько мало, что не приводит к видимому уширению КДО (рис. 51).

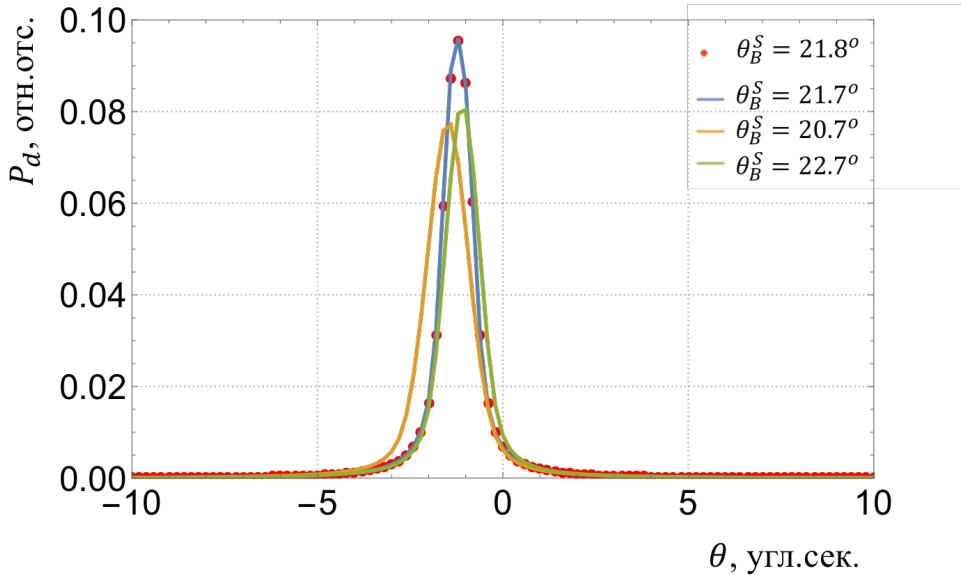


Рисунок 51 - КДО для разной степени дисперсионности схемы. Угол Брэгга кристалла - монохроматор Si(440)  $\theta_B^M = 21.6785^\circ$ , в качестве кристалла - образца LGT(260)  $\theta_B^S = 21.0328^\circ$ ,  $MoK_\alpha$  - излучение

Для того, чтобы добиться видимого изменения КДО, разница углов Брэгга образца и монохроматора должна измениться на  $1^\circ$ , что соответствует изменению межплоскостного расстояния на величину  $d/d_0 \simeq 0.03$  процентов. Такие деформации параметра решетки не могут быть вызваны пьезоэффектом, т.к. при относительном изменении параметра решетки  $d/d_0 > 10^{-4}$  как правило начинается разрушение кристаллической решетки. Таким образом в результате пьезоэффекта профиль кривой, для рассмотренных нами случаев, можно считать постоянным.

Необходимо отметить, что изменение профиля КДО может происходить вследствие наличия носителей зарядов (дефектов) в кристалле, которые под влиянием электрического поля могут деформировать кристаллическую решетку, но такой механизм также не рассматривается в настоящей работе.

Данное заключение позволяет применять рассмотренные методы расчета для определения пьезоэлектрических констант, а так же использовать времяразрешающий метод исследования (см. 2.3.8.2) т.к. профиль

кривой остается неизменным.

### 3.3.2. Угловой сдвиг КДО при пьезоэфекте

Как было рассмотрено ранее, наличие электрического поля, приложенного к пьезоэлектрическому кристаллу, вызывает изменение межплоскостного расстояния. Таким образом, был измерен угловой сдвиг КДО рефлексов (рис. 52), и на основании выражения (см. 2.3.16) был рассчитан модуль  $d_{11}$  для кристалла LGT.

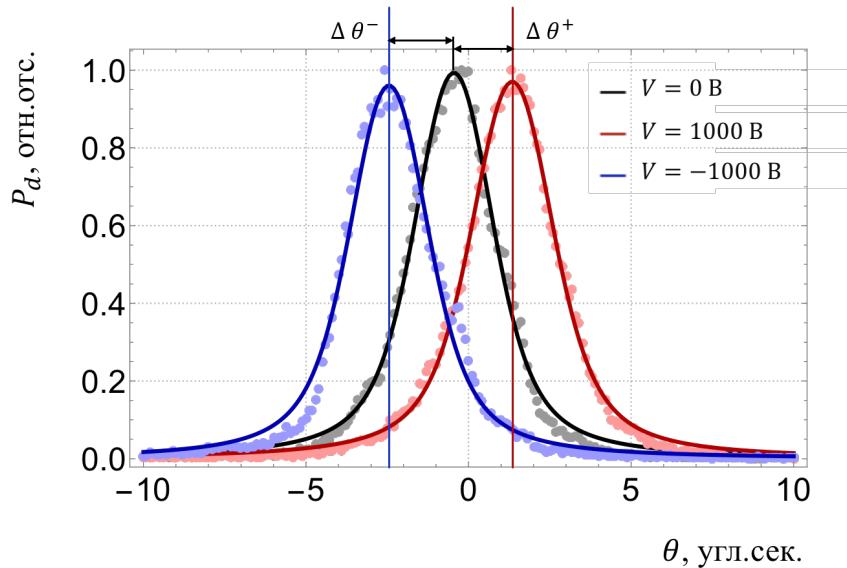


Рисунок 52 - Угловой сдвиг двухкристальной КДО (эксперимент).  
Кристалл-монохроматор: Si(440), кристалл-образец: LGT(440), толщина  
криスタлла  $l = 0.27$

Экспериментальное определенное изменение брэгговского угла в результате воздействия электрического поля напряженностью 3,7 кВ/мм составляет 1.89 угл.сек. Таким образом, наблюдается хорошее соответствие измеренного методом двухкристальной дифрактометрии, пьезомодуля  $d_{11} = (6.8 \pm 0.3)10^{-12}$  данным, полученными нерентгеновскими методами [32]. В перспективе планируется разработка алгоритма восстановления полной матрицы пьезомодулей по данным рентгеновской дифрактометрии путем решения системы уравнений, связывающих все  $N$  элементов матрицы пьезомодулей с экспериментально определенными сдвигами КДО для такого же количества  $N$  рефлексов.

# ВЫВОДЫ

В рамках настоящей работы получены следующие результаты:

1. Разработаны алгоритмы вычисления аппаратной функции дифрактометра, позволяющие моделировать двумерное спектрально-угловое распределение рентгеновского излучения в экспериментальной схеме для широкого спектра источников излучения и наличия разных оптических элементов. Данные алгоритмы позволяют рассчитывать картину двухкристальной рентгеновской дифракции с учетом асимметрии отражений от кристаллов и дисперсионности экспериментальной схемы. Также сделаны первые шаги в направлении расчета трехкристальных кривых дифракционного отражения, на данном этапе только для случая идеальных кристаллов.
2. Разработанные алгоритмы были апробированы на всех уровнях, что позволило подтвердить их адекватность, а также определить и уточнить параметры экспериментальной схемы, такие как линейный размер пятна рентгеновской трубы.
3. Разработаны алгоритмы моделирования картины дифракции рентгеновского излучения в пьезоэлектрических кристаллах, подверженных влиянию внешнего электрического поля для исследования пьезоэлектрического эффекта и обработки экспериментальных данных.
4. Проведены эксперименты по исследованию влияния внешнего электрического поля на структуру пьезоэлектрических кристаллов и обработке полученных результатов с помощью разработанных алгоритмов с целью определения пьезокоэффициентов.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Цель, поставленная в рамках настоящей работы, достигнута в полном объеме. В частности, были разработаны универсальные алгоритмы расчета, позволяющие моделировать картину рентгеновской дифракции для различных типов источников излучения и широкого набора оптических элементов и учитывающие большое количество эффектов, возникающих в реальной экспериментальной схеме. Данные алгоритмы реализованы в виде web-интерфейса, позволяющего широкому кругу исследователей проводить моделирование дифракционной картины для экспериментальных схем, собираемых из оптических элементов по модульному принципу. В то же время, результаты работы создают предпосылки для дальнейших исследований и расширения функционала алгоритмов моделирования, в частности, в направлении учета дефектов структуры кристалла, восстановления полной матрицы пьезомодулей по данным рентгеновской дифракции, моделирования вклада диффузного рассеяния в картину ТРД.

# СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1] В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич. Теория рассеяния рентгеновских лучей. - Москва: Издательство московского университета, 1972 г. - 248 с.
- [2] P. J. Brown, A. G. Fox, E. N. Maslen, M. A. O'Keefe and B. T. M. Willis. International Tables for Crystallography (2006). Vol. C, ch. 6.1, pp. 554-595
- [3] J. Coraux, V. Favre-Nicolin, M. G. Proietti et al. // Phys.Rev. B. – 2007. – 75. – 235312
- [4] А. М. Афанасьев, П. А. Александров, Р. М. Имамов. Рентгеновская диагностика субмикронных слоев. - Москва: Наука, 1989 г. - 152 с.
- [5] З. Г. Пинскер. Рентгеновская кристаллооптика. - Москва: Наука, 1982 г. - 292 с.
- [6] Willis, B. T. M. Thermal vibrations in crystallography / B. T. M. Willis, A. W. Pryor. — Cambridge University Press, 1975. —P. 279.
- [7] Ю. А. Кибалин. Дифракционные исследования атомных колебаний в легкосплавных металлах, наноструктурированных внутри пористых сред. [Текст]: автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. физ. - мат. наук (01.04.07) / Кибалин Юрий Андреевич; НИЦ "Курчатовский институт". – Москва, 2015. – 99 с.
- [8] Г. В. Фетисов. Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ. - Москва: ФИЗМАТЛИТ, 2007 г. - 672 с. ISBN 978-5-9221-0805-8.
- [9] Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теоретическая физика. том 8 – Электродинамика сплошных сред, 2-е изд., Москва: Наука, 1992. - 661 с.

- [10] В. А. Бушуев, А. П. Орешко. зеркальное отражение рентгеновских лучей в условиях скользящей дифракции. Учебное пособие. Москва: МГУ, физический факультет, 2002. - 57 с.
- [11] D. Keith Bowen, Brain K. Tanner. High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography. - United Kingdom: Taylor and Francis, 1998. - 265 p.
- [12] У. Кэди. Пьезоэлектричество и его практические применения. — Москва: Издательство Иностранной литературы, 1949. - 721 p.
- [13] Robert E. Newnham. Properties of materials. Anisotropy, symmetry, structure. - United Kingdom: Oxford University Press, 2004. - 620 p.
- [14] М. П. Шаскольская. Кристаллография. - Москва: Высшая школа, 1984. - 386 р.
- [15] Н. В. Марченков. Рентгенодифракционные исследования пьезоэлектрических кристаллов при воздействии внешних электрических полей. [Текст]: автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. физ. - мат. наук (01.04.18) / Марченков Никита Владимирович; Институт кристаллографии им А. В. Шубникова РАН – Москва, 2014. – 122 с.
- [16] В. А. Бушуев. Особенности формирования спектров трехкристальной рентгеновской дифрактометрии: Учебное пособие для студентов старших курсов / В. А. Бушуев, А. П. Петраков. - г. Сыктывкар, 1997. - 23 с.
- [17] Hart M. // Lecture Notes in Physics. Imaging Processes and Coherence in Physics. 1980. V. 112. P. 325-335.
- [18] Matsushita T., Ishikawa T., Oyanagi H. // Nucl. Instrum. Methods. 1986. V. A246. P. 377.
- [19] A. Erko, M. Idir, Th. Krist, G. Michette // Modern Developments in X-Ray and Neutron Optics, Eds.: Springer. 2008. 541 p.

- [20] М.А. Чуев, Э.М. Пашаев, В.В. Квардаков, И.А. Субботин // Кристалло-графия. 2008. Т.53. № 5. С. 780.
- [21] А.Г. Сутырин, Д.Ю. Прохоров //Кристаллография. 2006. Т. 51. № 5. С.570. 91. F.N. Chukhovskii //Acta Cryst. 2009. V. A65. P. 39.
- [22] Z. Wang, D. Yuan, L. Pan, X. Cheng // Appl. Phys. Lett. 2003. No 77. P. 683–685.
- [23] J. Bohm, E. Chilla, C. Flannery, H. J. Frohlich, T. Hauke, R. B. Heimann, M. Hengst, U. Straube // Journal of Crystal Growth. 2000. No 216. P. 293-298.
- [24] S.V. Gorfman, V.G. Tsirelson, U. Pietsch. // Acta Cryst. V. A61. P. 387-396.
- [25] S.V. Gorfman, V.G. Tsirelson, A. Pucher, W. Morgenroth, U. Pietsch. // Acta Cryst. V. A62. P. 1-10.
- [26] S. Gorfman, O. Schmidt, U. Pietsch, P. Becker, L. Bohaty // Z.Kristallogr. 2007. V. 222. P. 396-401.
- [27] O. Schmidt, S. Gorfman, U. Pietsch // Cryst. Res. Technol. 2008. V. 43. N. 11. P. 1126-1132.
- [28] S. Annaka // J. Appl. Cryst. 1977. V. 10. P. 354-355.
- [29] R. Guillot. Diffraction study of the piezoelectric properties of low quartz / R. Guillot, P. Fertey, N. K. Hansen, P. Alle, E. Elkaim, C. Lecomte // Eur. Phys. J. B. – 2004. – V. 42, Issue 3. – P. 373-380.
- [30] A. Paturle. Measurement of the piezoelectric tensor of an organic crystal by the x-ray method: The nonlinear optical crystal 2-methyl 4-nitroaniline / A. Paturle, H. Graafsma, H.-S. Sheu, P. Coppens, P. Becker // Phys. Rev. B. – 1991. – V. 43, No 18. – P. 14683-14691
- [31] K. Kohra. Study on Temperature Effect on X-Ray Diffraction Curves from Single Crystals by a Triple-Crystal Spectrometer K. Kohra, S.

Kikuta, S. Annaka, S. Nakano // J. Phys. Soc. Jpn. -1966. - 21, pp. 1565-1572

- [32] N.S. Kozlova, E.V. Zabelina, O.A. Buzanov, V.V.Geraskin // Abstract Booklet of 9 th European Conference on Applications of polar Dielectrics, (ECAPD IX, Roma) Roma, Italy. 2008. P. 247.
- [33] J. W. M. DuMond // Phys.Rev. – 1937. – V. 52. – P. 872-883.
- [34] М. А. Блохин // Физика рентгеновских лучей, 2 изд., М.: ГИТТЛ, 1957, 518с.
- [35] В. В. Лидер, Фазочувствительнык рентгеновские методы характеризации конденсированных сред. Учебное пособие. Москва: Институт Кристаллографии им. А. В. Шубникова, 2009. - 90 с.

## Приложение 1.

Приведем упрощенный вывод Фурье компонент  $\chi_h$  для рентгеновской поляризуемости в среде  $\chi(\vec{r})$ . Если в какой либо точке находится электрон, то уравнение его движения под действием электромагнитной волны, исходя из второго закона Ньютона, запишется в виде [1].

$$\ddot{x} + k\dot{x} + \omega_0^2 x = \frac{e}{m} E_0 e^{i\omega t} \quad (\text{Приложение 1.0.1})$$

Откуда смещение этого заряда

$$x = \frac{e}{m} \frac{E_0 e^{i\omega t}}{\omega_0^2 - \omega^2 + i\omega t} \quad (\text{Приложение 1.0.2})$$

где  $\omega_0$  - собственная частота колебания электрона (частота электронного перехода),  $\omega$  - частота рентгеновского излучения.

Поляризация единицы объема в заданной точке пространства  $P$  определяется из условия  $P = \frac{\sum_{ex}}{\Delta V}$ . Суммирование проводится по всем зарядам в некотором малом объеме  $\Delta V$ .

Для рентгеновских лучей обычно  $\omega_0^2 \ll \omega^2$ , поэтому

$$4\pi P = -\frac{4\pi e^2}{m\omega^2} \frac{\Delta N}{\Delta V} E_0 e^{i\omega t} = -\frac{e^2 \lambda^2}{m\pi c^2} \rho E_0 e^{i\omega t} \quad (\text{Приложение 1.0.3})$$

где  $\Delta N$  - число зарядов в объеме  $\Delta V$ ;  $\rho = \frac{\Delta N}{\Delta V}$  - электронная плотность в заданной точке пространства.

$$\chi_h = -\frac{e^2 \lambda^2}{m\pi c^2} \rho = -\frac{e^2 \lambda^2}{m\pi c^2} \frac{F_h}{V} \quad (\text{Приложение 1.0.4})$$

где,  $F_h = \sum_n f_n \cdot e^{-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{r}_n} = \sum_n f_n \cdot e^{-2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n)}$  - структурная амплитуда (раздел 1.2), коэффициент  $h$  в  $F_h$  - означает конкретные значения индексов  $hkl$ ;  $V$  - объем элементарной ячейки кристалла.

## Приложение 2.

Приведен пример функции отражения от кристалла-образца на языке программирования Python. Функция на вход принимает параметр углового поворота кристалла, угол характеризующий составляющую в расходящемся пучке, комплексные величины поляризаций рентгеновского пучка, а также коэффициент поляризации излучения и угол характеризующий асимметричность отражения.

```
#—————Функция образца—————
def sample(dTeta, teta, itta, X0, Xh, tetaprmtr, fi, C):
    # teta — угловое распределение источника
    # dTeta — величина отстройки от точного угла Брэгга
    # (угол поворота образца)
    # itta — длина волны излучения пересчитанная
    # в угловую шкалу в соответствии с условием Вульфа–Брэгга
    # X0 — комплексная поляризуемость падающего излучения
    # Xh — комплексная поляризуемость для дифрагированного излучения
    # tetaprmtr — угол Брэгга в радианах
    # C — коэффициент поляризации излучения
    # fi — угол наклона отражающих плоскостей относительно поверхности
    gamma_0 = math.sin(math.radians(fi) + tetaprmtr)
    gamma_h = math.sin(math.radians(fi) - tetaprmtr)
    # b — коэффициент асимметрии брэговского отражения
    b = gamma_0/abs(gamma_h)
    sample = dTeta+teta-(itta-1) * math.tan(tetaprmtr)
    # угловая отстройка падающего излучения от угла Брэгга с учетом
    # всех перечисленных факторов
    alfa = -4*math.sin(tetaprmtr) *
           (math.sin(tetaprmtr+sample) - math.sin(tetaprmtr))
    # alfa — в соответствии с формулой (1.4.5)
    prover = (1/4/gamma_0)*
              (X0*(1-b)-b*alfa+cmath.sqrt(((X0*(1+b)+b*alfa) *
              (X0*(1+b)+b*alfa))-4*b*(C*C) *
              ((Xh.real)*(Xh.real)-(Xh.imag)*(Xh.imag)-2j*Xh.real*Xh.imag)))
    if prover.imag < float(0): # выполнения условия затухания волны,
        eps = (1/4/gamma_0) * # выбор отрицательной мнимой части аккомодации
              (X0 * (1-b)-b*alfa-cmath.sqrt(((X0*(1+b)+b*alfa) *
              (X0 * (1+b)+b * alfa))-4 * b * (C*C) *
              ((Xh.real)*(Xh.real) - (Xh.imag)*(Xh.imag) - 2j*Xh.real*Xh.imag)))
    else:
        eps = prover
    R = (2 * eps*gamma_0 - X0)/Xh/C # коэффициент отражения собственной КДО
    return (abs(gamma_h)/gamma_0) * abs(R) * abs(R)
```

В результате выполнения, функция возвращает коэффициент отражения собственной КДО в соответствии с формулой (1.4.22). Тестовая версия web - интерфейса доступна по адресу: <http://x-rays.world/> или <http://62.109.0.242/>.

## Приложение 3.

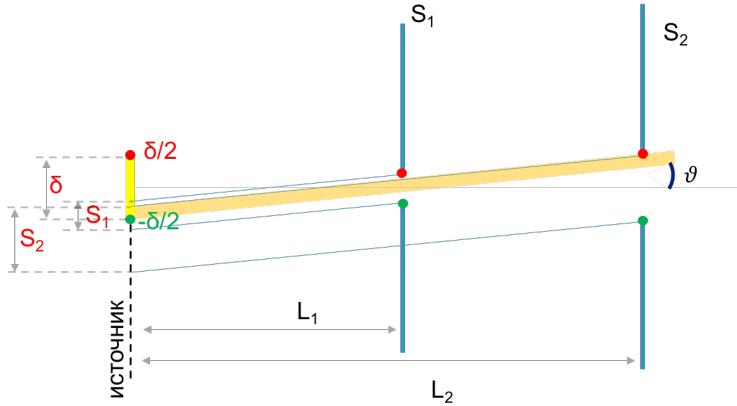


Рисунок 53 - Для расчета пропускной способности системы щелевых коллиматоров

Для того чтобы получить зависимость пропускной способности в зависимости от угла, под которым распространяется рентгеновский луч, необходимо спроектировать границы щелей на уровень источника.

$$S_{1,2}^{(source)} = \pm \frac{S_{1,2}}{2} - \vartheta L_{1,2}$$

Далее найти минимальное значение проекции верхних (up)

$$a^{up} = \min[S_1^{up,source}, S_2^{up,source}, \frac{\delta}{2}]$$

и максимальное значение среди проекции нижних (down)

$$a^{down} = \max[S_1^{down,source}, S_2^{down,source}, -\frac{\delta}{2}]$$

Следующее условие будет определять величину площади параллелограмма, а соответственно и характеризовать пропускную способность для

разных направлений  $\vartheta$

$$g_s(\vartheta) = \begin{cases} 0, & \text{если } a^{down} \geq a^{up} \\ (a^{up} - a^{down})L_2, & \text{если } a^{down} < a^{up} \end{cases} \quad (\text{Приложение 3.0.1})$$