

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

ВВЕДЕНИЕ	7
1 Литературный обзор	8
1.1 Атомный фактор рассеяния	8
1.2 Структурный фактор рассеяния	10
1.3 Влияние температуры. Тепловой фактор Дебая - Валлера	12
1.4 Динамическая теория рассеяния	14
1.4.1 Симметрическая схема дифракции	14
1.4.2 Асимметрическая схема дифракции	16
1.4.3 Рентгеновская поляризуемость в среде	17
1.4.4 Собственная кривая отражения (КДО)	18
1.5 Пьезоэлектрический эффект	21
2 Оборудование и методы	25
2.1 Оборудование	25
2.1.1 Трехкристальный рентгеновский спектрометр	25
2.2 Исследуемые образцы	26
2.3 Алгоритмы расчетов и методики измерений	26
2.3.1 Функция источника	26
2.3.2 Функция щелевых коллиматоров	27
2.3.3 Собственная кривая отражения	30
2.3.4 Отражение от одного кристалла	30
2.3.5 Методика получения двухкристальных кривых дифракционного отражения	32
2.3.5.1 Выражение для расчета двухкристальных КДО	34
2.3.6 Методика получения трехкристальных кривых дифракционного отражения	37
2.3.6.1 Карта рассеяния в прямом пространстве .	37
2.3.6.2 Карта рассеяния в обратном пространстве	42

2.3.7	Методика расчета пьезоэлектрических констант по данным дифракции	44
2.3.8	Методика эксперимента по измерению пьезоэлектрических констант	49
2.3.8.1	Статический метод	49
2.3.8.2	Времяразрешающий метод	49
3	Результаты и обсуждения	52
3.1	Аппаратная функция	52
3.1.1	Угловая составляющая спектра рентгеновской трубы	52
3.1.2	Спектральная функция рентгеновского источника . .	54
3.2	Двухкристальные КДО	55
3.2.1	Бездисперсионная схема	55
3.2.2	Дисперсионная схема дифракции	56
3.2.3	Асимметричный случай отражения	58
3.3	Влияние внешнего электрического поля на двухкристальные КДО	59
3.3.1	Изменение профиля КДО	59
3.3.2	Угловой сдвиг КДО	59
ЗАКЛЮЧЕНИЕ		60
ВЫВОДЫ		60
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		64
Приложение 1	65
Приложение 2	66
Приложение 3	67
Приложение 4	69
Приложение 5	71
Приложение 6	72

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность:

Цель работы: Разработка расчетно - методической базы для моделирования рентгеновской дифракции в реальных экспериментальных схемах и обработка экспериментальных данных в том числе в условиях воздействия внешнего электрического поля.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

В свете вышесказанного, настоящая работа базируется на исследовании технически важных кристаллов

1. Литературный обзор

1.1. Атомный фактор рассеяния

Рентгеновское излучение, взаимодействуя с электронами атомов вещества рассеивается. Протоны (ядра атомов) в рассеянии рентгеновских лучей практически не участвуют, т.к. амплитуда электромагнитной волны, рассеянной заряженной частицей, обратно пропорциональна ее массе - формула Томсона [1]. Величина такого рассеяния зависит от количества электронов в атоме. Тяжелые металлы, например свинец, Pb ($Z = 82$), рассеивают рентгеновское излучение сильнее легких, таких как Ni ($Z = 28$) или Co ($Z = 27$), а такие атомы, как He или H – 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 какой либо точке пространства сосредоточено Z электронов, то заряд этой группы равен $Q = Z \cdot e$, а масса $M = Z \cdot m_e$.

На рис. 1 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 θ и λ . Максимальная величина, которая равна Z , наблюдается в случае рассеяния вперед.

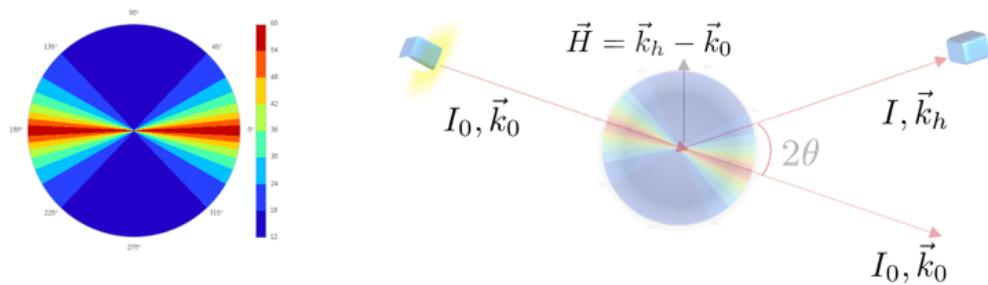


Рисунок 1 - (Слева) фактор рассеяния для атома лантана (La, N = 57), (справа) схема расположения векторов для падающей и рассеянной волн

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

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

где a_i , b_i и c - коэффициенты Кромер-Манна для бездисперсионного канала рассеяния атомами решетки, ограничением является $0 < \frac{\sin\vartheta}{\lambda} < 2.0 \text{ \AA}^{-1}$. Характерная зависимость структурного фактора от угла рассеяния и длины волны для атомов входящих в состав кристалла LGT (La, Ga, Ta, O) представлена на рис. 2.

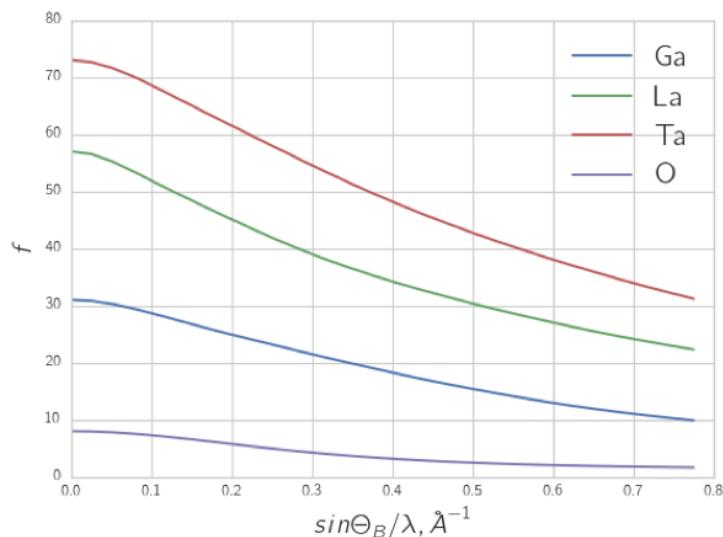


Рисунок 2 - Атомный фактор рассеяния для атомов: галлия (Ga), лантана (La), tantalа (Ta) и кислорода (O)

При расчете интенсивности рассеяния атомом необходимо учитывать факт, что все электроны связаны между собой, таким образом необходимо записывать уравнение движения связанного электрона по действием падающего излучения. Если атом многоэлектронный, то амплитуда рассеянной волны равна сумме амплитуд волн, рассеянных всеми электронами атома, в результате структурный фактор [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.

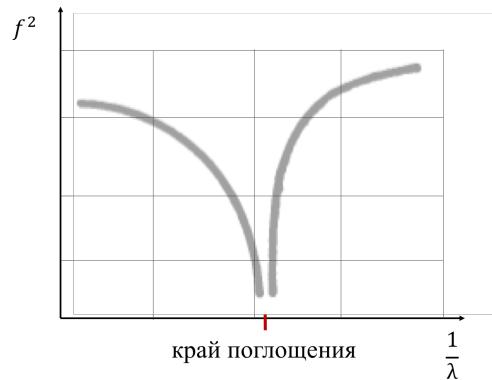


Рисунок 3 - Схематичная зависимость квадрата атомного фактора $f^2 = (f_0 + f')^2 + (f'')^2$ от длины волны λ вблизи края поглощения

Важной особенностью является факт того, что дисперсионные поправки f' , f'' практически не зависят от длины волны, но зависят от энергии. Так как f_0 уменьшается с ростом угла рассеяния, дисперсионные поправки начинают играть роль при больших углах θ .

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.

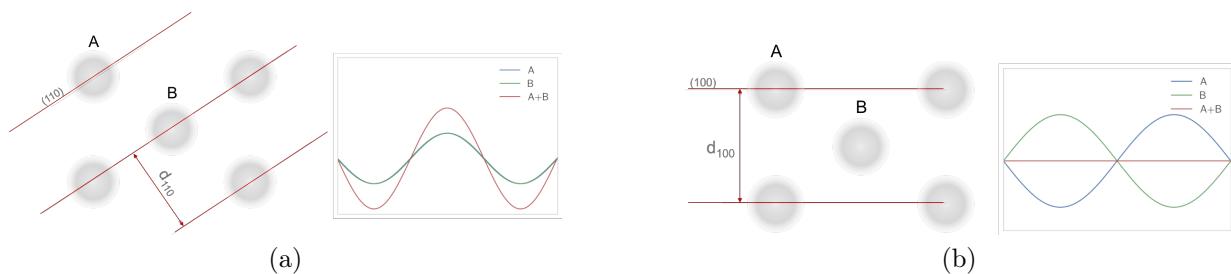


Рисунок 4 - Примеры интерференции двух волн, отраженных различными системами атомных плоскостей для случая (а) конструктивной и (б) деструктивной интерференции

Рассеяние от набора атомов характеризуется структурным фактором рассеяния, с учетом векторного сложения всех фаз по всем атомам N 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 $\phi_n = 2\pi(hx_n + ky_n + lz_n)$; hkl - 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 в сравнении между кристаллами: 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 низкими симметричными свойствами.

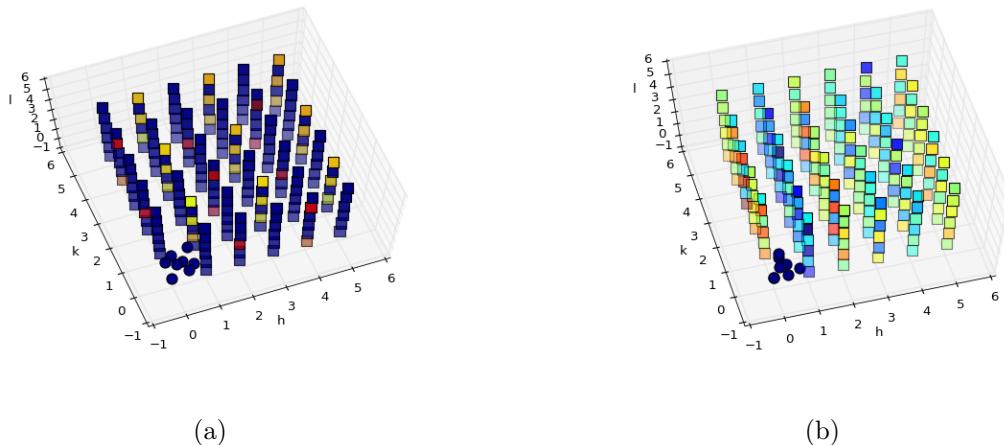


Рисунок 5 - Карта распределения величины структурного фактора (цвет соответствует его величине) в координатах индексов Миллера для кристалла (a) Si и (b) LGT

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 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 ячейки, суммирование производится, по всем атомам элементарной ячейки. \vec{h} - вектор обратной решетки, $|\vec{h}| = 2\pi/d$ = где d - межплоскостное расстояние.

Разложим экспоненту, содержащую параметр отклонения, в ряд Тейлора:

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

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

преобразуем ряд,

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

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

где $B = 8\pi^2 \langle u^2 \rangle$ - температурный коэффициент Дебая - Валлера, $(\frac{h}{4\pi})^2 = \left(\frac{\sin \theta_B}{\lambda} \right)^2$ - вектор обратной решетки или вектор рассеяния. Обычно температурный коэффициент находится в пределах от 0.20 \AA^2 до 3.0 \AA^2 .

Здесь мы ограничились тем, что все колебания в кристалле изотропные (изотропное гармоническое приближение), в более общем случае температурный коэффициент определяется тенором третьего порядка [6]. В большинстве случаев гармоническое приближение дает адекватное описание, однако при описании атомных колебаний в области высоких температур, когда амплитуда колебаний сопоставима 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, γ - константа Грюнайзена, α - 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 и статическая составляющая, величина которой в первую очередь зависит от концентрации дефектов в образце, такой вклад меньше зависит от температуры, 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, задействованных в методах исследования структуры веществ с помощью рентгеновских лучей, 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.

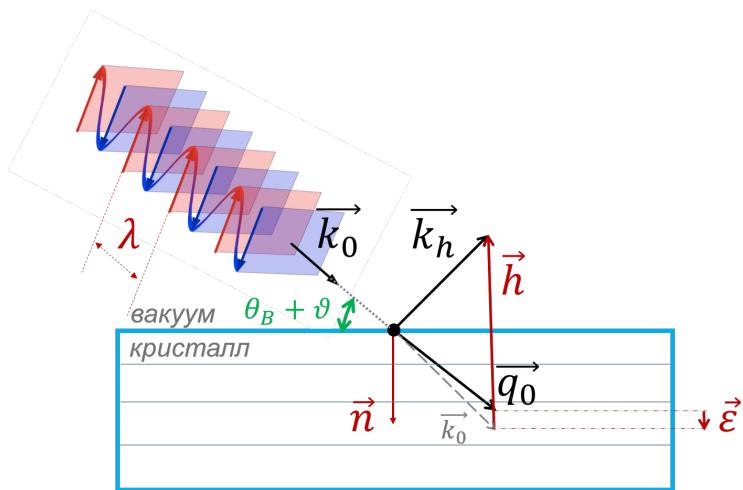


Рисунок 6 - Схематичное изображение дифракции рентгеновского излучения в кристалле, \vec{k} - волновой вектор в вакууме; \vec{q} - волновой вектор в среде; 0 - коэффициент для обозначения падающей волны, а h - дифрагированной волны; \vec{h} - вектор обратной решетки ($|h| = 2\pi/d$); \vec{n} - вектор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

$$q_0^2 = k_0^2 + 2k_0^2 \varepsilon \cdot \gamma_0 + k_0^4 \varepsilon^2 \quad (1.4.2)$$

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 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 расстояния, вводится параметр α , характеризующий степень отклонения от

условия Брэгга [10]:

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

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

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

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

Параметр характеризующий отстройку падающего излучения от точного брэгговского угла α удобнее ввести на текущем этапе. Выражение (1.4.5) существенно упростит рассмотрение динамической теории рассеяния.

1.4.2. Асимметричная схема дифракции

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

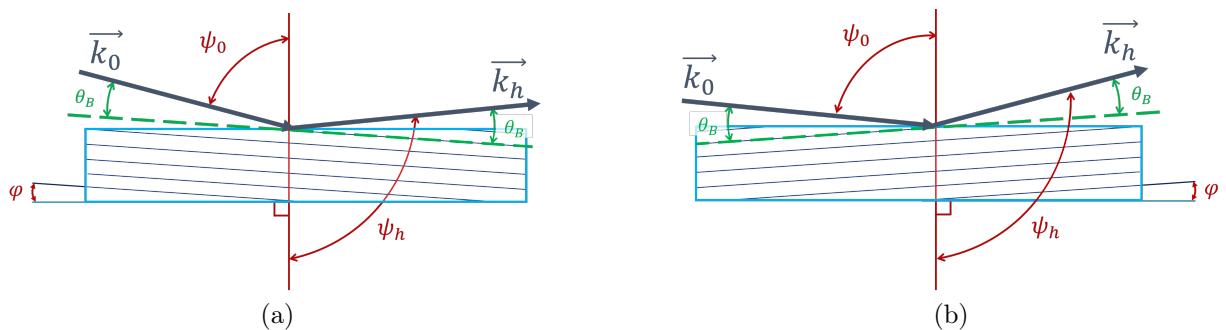


Рисунок 7 - Схема асимметричной брэгговской дифракции для коэффициента (a) $b >> 1; \varphi > 0$, (b) $b << 1; \varphi < 0$

Для того чтобы охарактеризовать степень асимметрии, вводят коэффициент b :

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

где, $\gamma_0 = \cos\psi_0 = \sin(\varphi + \theta_B)$, $\gamma_h = \cos\psi_h = \sin(\varphi - \theta_B)$, φ - угол между плоскостью отражения и поверхностью образца. Данный коэффициент,

как будет показано дальше может существенным образом влиять на картину дифракции.

1.4.3. Рентгеновская поляризуемость 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:

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

где, χ - поляризуемость среды. Амплитуда волны $A(\vec{r})$ - не зависит от времени, но зависит от координат, связано это с тем что электроны колеблются под действие 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 той 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

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

Подробный вывод выражений для Фурье компонент χ_h для рентгеновской поляризуемости в среде представлен в (Приложение 1), из которого следует:

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

где, h - соответствует какому - либо направлению вектора обратной решет-

ки, для конкретных hkl .

На данном этапе мы не рассматриваем возможность распространение в кристалле большого количества волн (многоволновый случай), а рассмотрим только два узла обратной решетки $h - [000]$ и $h - [hkl]$. Тогда поляризуемость примет конечный вид

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

Если будет время, нарисовать распределение волнового поля для всех волн и их суммы

1.4.4. Собственная кривая отражения (КДО)

Из системы уравнение Максвелла получим следующее волновое уравнение (Приложение 2):

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

Как было упомянуто выше, в кристалле распространяются две волны:

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

где произведение единичных векторов \vec{e}_0 и \vec{e}_h :

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

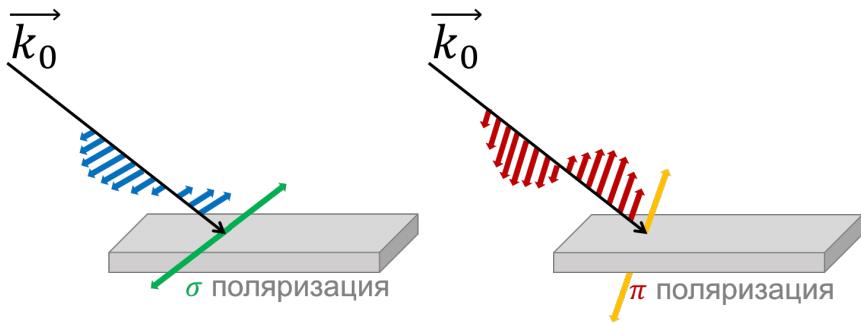


Рисунок 8 - Колебание вектора напряженности электрического поля для разных типов линейной поляризации рентгеновского излучения

Подставим (1.4.13) в уравнение (1.4.12) и получим систему динамических уравнений:

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

где,

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

Приравняем детерминант системы к 0, получив при этом дисперсионное уравнение следующего вида:

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

Воспользуемся равенством 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, суммарная интенсивность останется 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 α соответствует выражению (1.4.4). Дисперсионное уравнение с учетом граничных условий следующий вид:

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

Решив уравнение относительно параметра аккомодации ε получим 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:

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

Наличие двух решений говорит о том, что в кристалле имеется 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 будем выбирать всегда корень с отрицательной мнимой частью $Im(\varepsilon) > 0$.

Амплитудный коэффициент отражение

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

Кривая дифракционного отражения (КДО) [10]

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

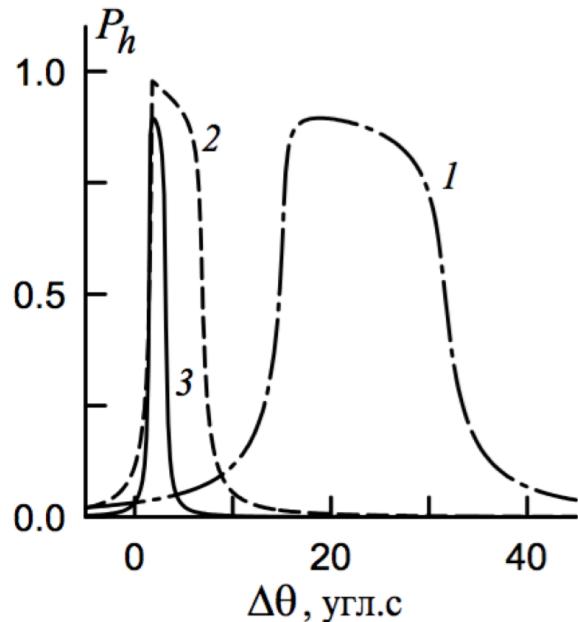


Рисунок 9 - КДО (220) CuK_{α} - излучения от кристалла кремния. Коэффициент асимметрии отражения b : кривые 1 - 0.1, 2 - 1, 3 - 10

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.

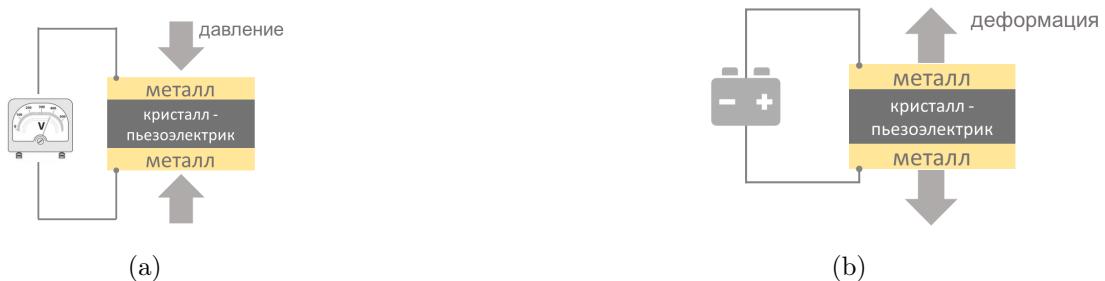


Рисунок 10 - Свойство пьезоэлектрического кристалла в его простейшем виде для (а) прямого и (б) обратного пьезоэлектрического эффекта

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 пьезоэлектрических свойств материала в данном направлении d . Модуль пьезоэлектрических деформаций d является (3x6) матрицей [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].

Они связаны со смещением следующим образом:

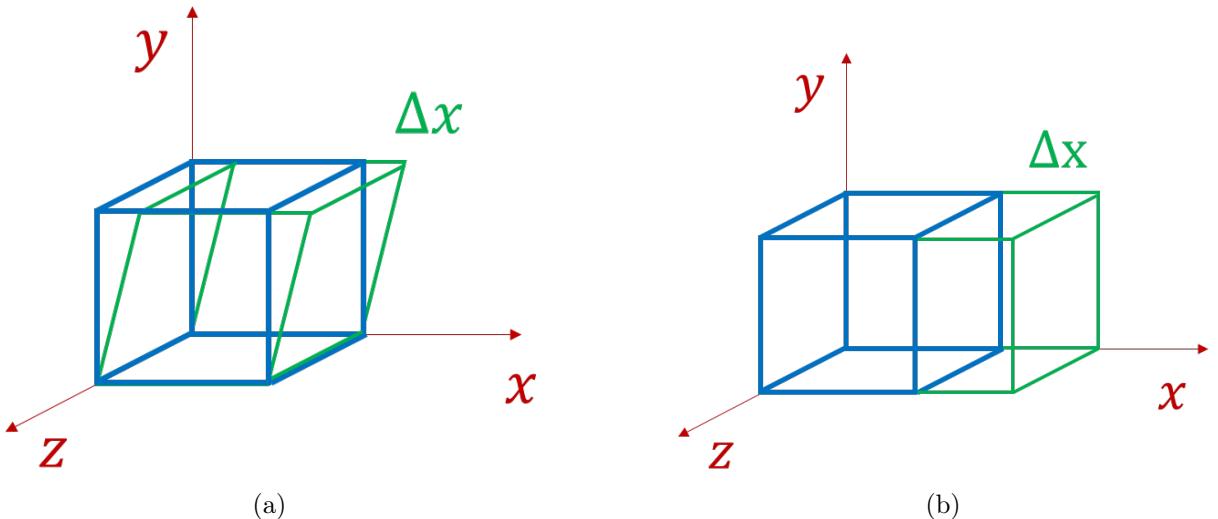


Рисунок 11 - Схематичное изображение деформации (a) растяжения/сжатия $r_1 = x_x = \frac{\Delta x}{x_0}$, (b) сдвига $r_6 = x_y = \frac{\Delta x}{y_0}$

Поясняя рис. 11b, в случае деформации сдвига обозначают компоненты векторов в плоскости которых происходит деформация. Если x_y и y_x налагаются одновременно, такую деформацию можно представить в виде

одного из смещений с учетом поворота всего образца, так если например $x_y = y_x$, произойдет просто удвоение одной из компонент (рис. 12). С математической точки зрения отождествление компонент x_y с y_x уменьшает число компонент общего тенора деформаций.

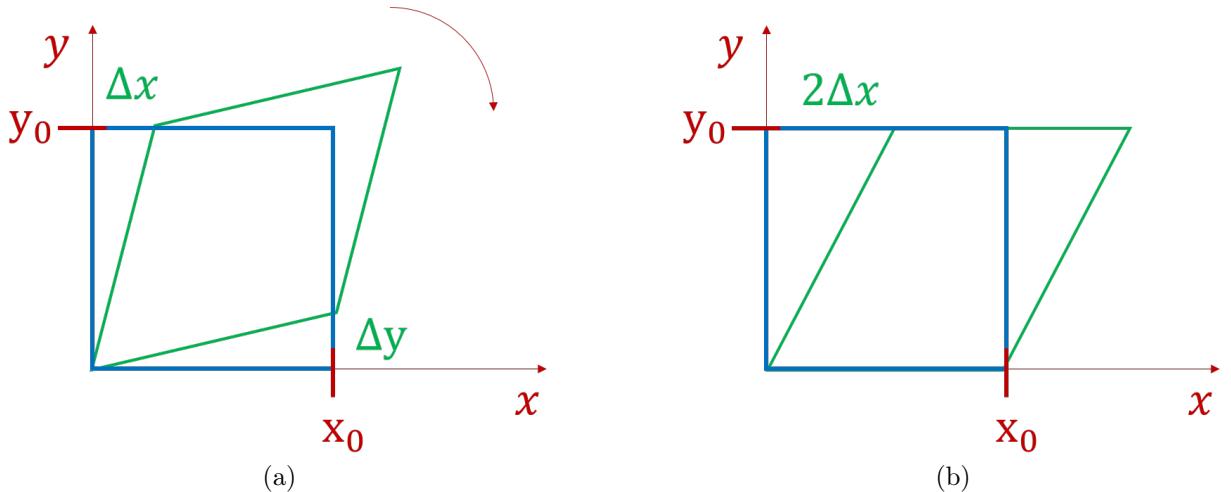


Рисунок 12 - Отождествление компонент деформации x_y с y_x , случай (а) отождествлен с (б)

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 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, в частном случае пьезоэффект, по кристаллографически эквивалентным направлениям должны быть одинаковыми. Таким образом, пьезоэлектрический эффект может возникнуть в кристаллах, лишен-

ных центра симметрии. В 11 классах точеной группы симметрии из 32 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. Другими словами, чем выше симметрия, тем меньше число независимых пьезомодулей.

2. Оборудование и методы

2.1. Оборудование

2.1.1. Трехкристальный рентгеновский спектрометр

Апробация результатов расчетов производилась на лабораторном источнике рентгеновского излучения (рис. 13). Трехкристальный рентгеновский спектрометр (ТРС) представляет из себя источник с молибденовым анодом, который является неподвижным в процессе сканирования. Рентгеновские лучи от источника падают на кристалл монохроматора, где происходит выделение спектрального дублета. Щелевое устройство № 1 отделяет спектральную составляющую, которая затем отражается от исследуемого кристалла.



Рисунок 13 - Трехкристальный рентгеновский спектрометр. Лаборатория рентгеновских методов анализа и синхротронного излучения, ФНИЦ "Кристаллография и фотоника"

ТРС имеет возможность работать в режиме двухкристального эксперимента, в таком случае непосредственно перед детектором устанавливается щелевое устройство № 2, все прошедшие лучи фиксируются детектором.

Для случая необходимости получения трехкристальных кривых дифракционного отражения, на место перед детектором устанавливается кристалл анализатор, отраженный от анализатора луч фиксируется детектором.

2.2. Исследуемые образцы

2.3. Алгоритмы расчетов и методики измерений

2.3.1. Функция источника

Спектр рентгеновской трубы является характеристическим, спектральная часть которого достаточно хорошо описывается двумя функциями Лоренца взятыми с весовыми коэффициентами (2.3.1):

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

Плотность распределения количества потока 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 σ - параметр, который характеризует ширину углового распределения на половине высоты.

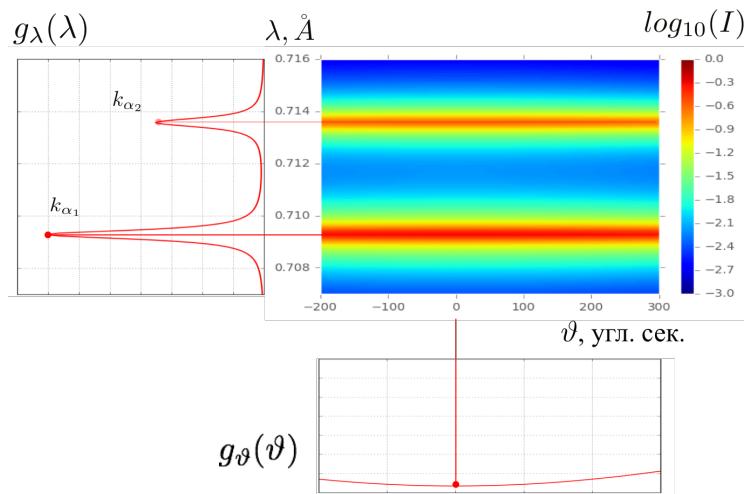


Рисунок 14 - Спектрально – угловое распределение лабораторного источника рентгеновского излучения с молибденовым анодом, угловая полуширина распределения составляет $\sigma = 600$ угл. сек.

2.3.2. Функция щелевых коллиматоров

Рассмотрим преобразование пучка рентгеновского излучения проходящего через систему щелевых коллиматоров.

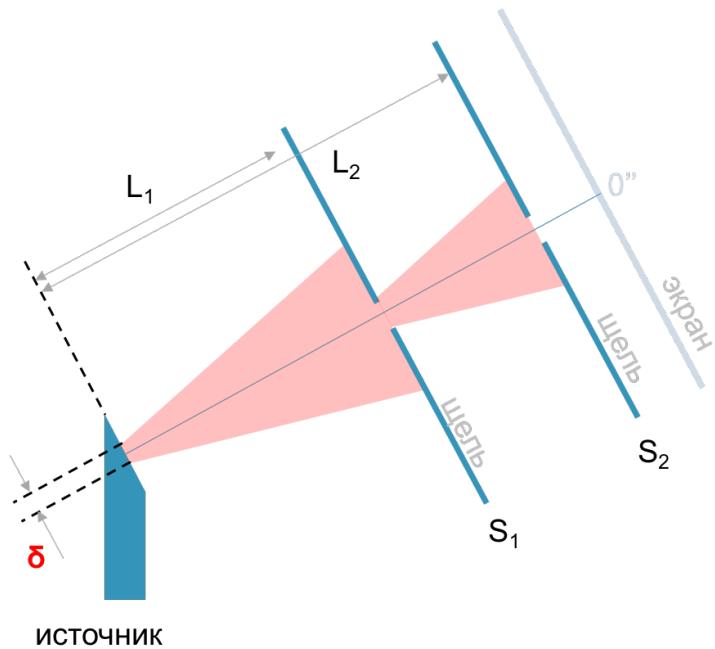


Рисунок 15 - Схематичное представление щелевых устройств

На начальном этапе мы рассматривали модель точечного источника излучения $\delta = 0$. В таком случае, интенсивность проходящего излучения будет определяться одним щелевым устройством, которое является

более узким в 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 устройством и распределение интенсивности принимает вид ступеньки (рис. 16а). Если источник является продолжительным $\delta \neq 0$, то угловое распределение интенсивности принимает более сложный вид, как показано на рис. 16б.

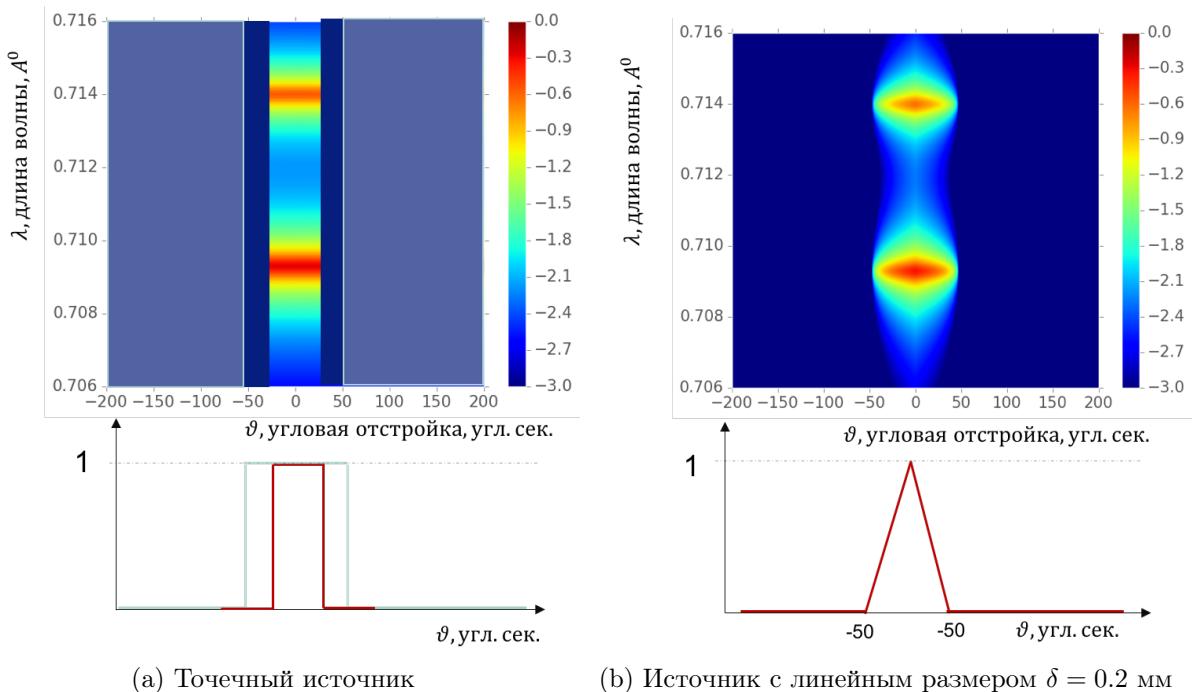


Рисунок 16 - Спектрально угловое распределение источника в система двух щелей

Необходимо отметить, что для описания дифракционного эксперимента важно расчитывать именно угловое распределение, т.е. знать количество и величину энергии квантов падающих под тем или иным углом на кристалл. Для того, чтобы это сделать нам необходимо вычислить площадь параллелограммов, как показано на рис. 17.

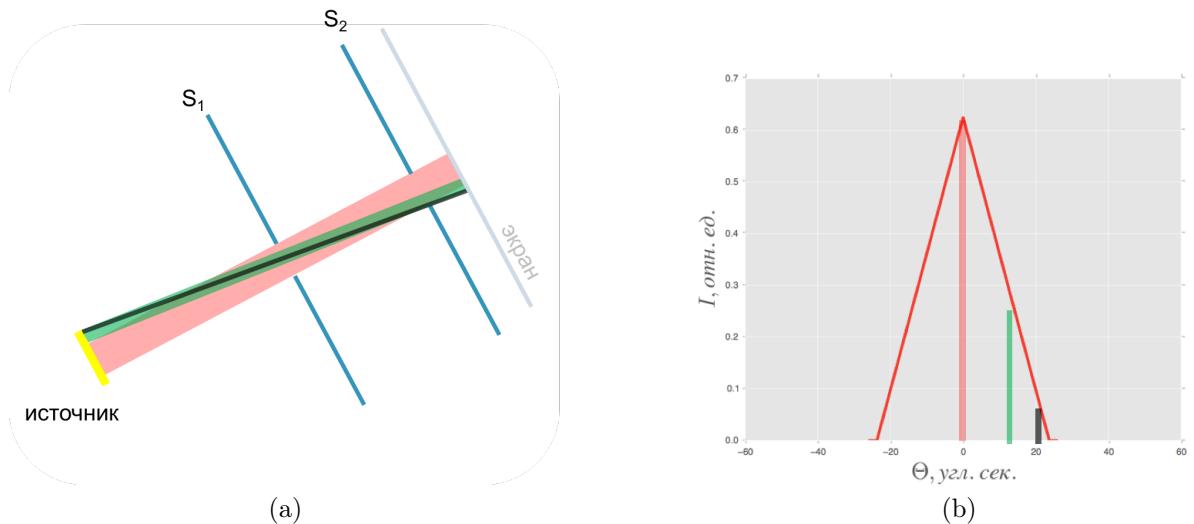


Рисунок 17 - Схематичное представление расчета интенсивности углового распределения излучения после прохождения системы щелевых коллиматоров. (а) Пропускная способность системы пропорциональна площади соответствующего параллелограмма. (б) Интенсивность на экране, установленным после системы щелевых устройств для $\delta = 0.2$ мм

Более подробный расчет $g_S(\vartheta)$ представлен в (Приложение 4). На рис. (18) представлены результаты расчета пропускной способности системы двух щелей для некоторых параметров в приближении точечного источника $\delta = 0$, в сравнении с протяженным $\delta \neq 0$.

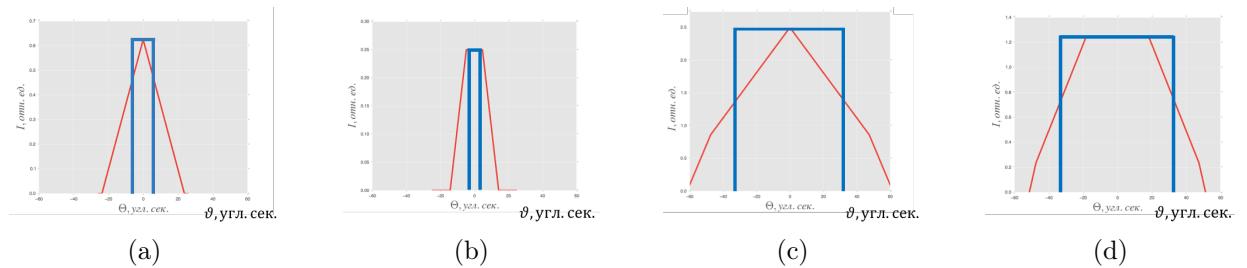


Рисунок 18 - Сравнение пропускной способности щелевых устройств в зависимости от угла распространения рентгеновского кванта. Расстояние до первого устройства $L_1 = 570$ мм, до второго $L_2 = 1005$ мм. Размеры щелевых устройств: (а) $S_1 = S_2 = 50$ мкм; $\delta = 0.2$ мм, (б) $S_1 = 20$ мкм; $S_2 = 40$ мкм; $\delta = 0.2$ мм, (в) $S_1 = 200$ мкм; $S_2 = 400$ мкм; $\delta = 0.2$ мм, (г) $S_1 = 200$ мкм; $S_2 = 400$ мкм; $\delta = 0.1$ мм

Анализ показывает что перегиб (рис. 18) возникает вследствие переходного процесса от точечного источника к бесконечному, т.е. на меньших углах плотность излучения определяется ближайшей щелью к источнику,

а после некоторого угла определяющей становится более удаленная.

2.3.3. Собственная кривая отражения

Весьма наглядной иллюстрацией 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 $\varphi = 20^\circ 53'$.

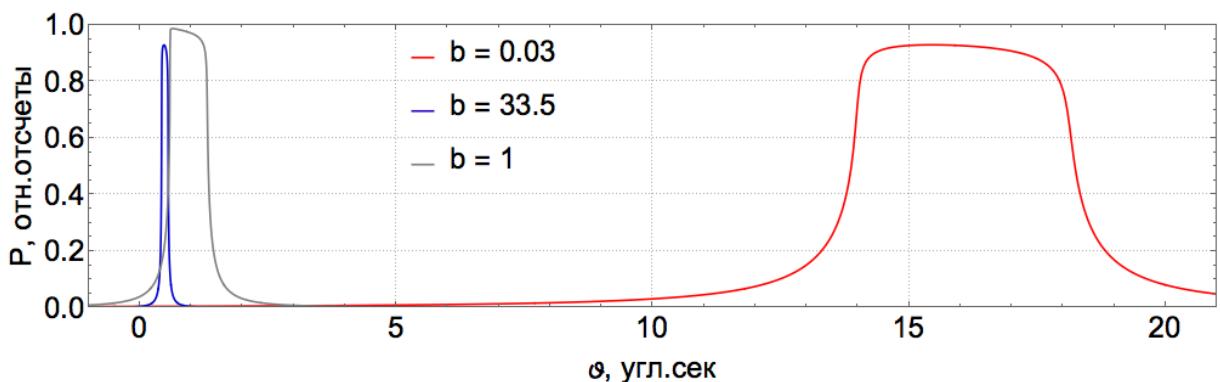


Рисунок 19 - Кривые отражения 440 $MoK_{\alpha 1}$ от Si, полученные при разных углах падения(для разных b)

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

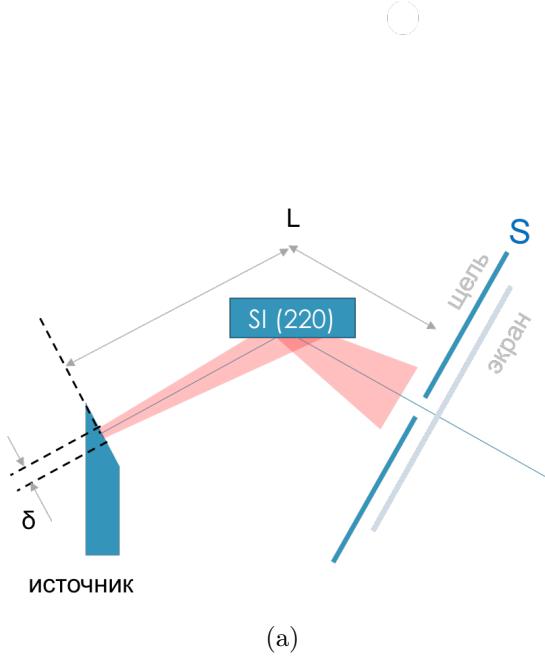
2.3.4. Отражение от одного кристалла

Постепенно будем наполнять схему и внесем один идеальный кристаллический элемент. Кристалл регламентируется уже не только угловой составляющей пучка, но и берет в учет энергию.

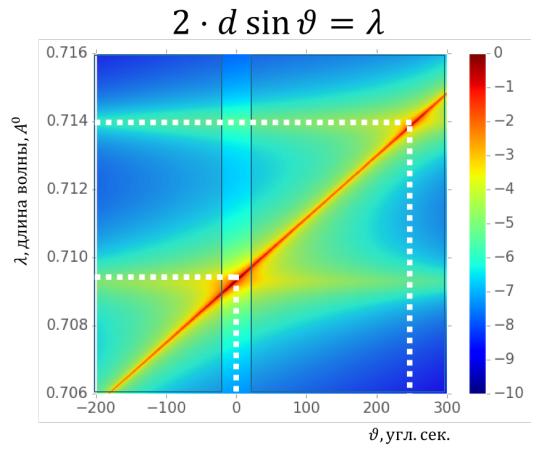
Спектрально-угловое распределение после отражающего кристаллического элемента задается выражением

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

где P - соответствует (1.4.22), λ_1 - длина волны излучения от которой ведется отсчет углов ϑ .



(a)



(b)

Рисунок 20 - (а) Схема однокристального эксперимента. (б) Спектрально угловое распределение после отражения расходящегося, полихромотического пучка от кристалла Si(220), положение щелевых устройств обозначено синей линией вблизи ± 20 угл.сек.

На рис. 20, по своей сути, изображен принцип работы монохроматора, когда после взаимодействия с кристаллом, разные длины волн отражаются под разными углами в соответствии с законом Брэгга.

Кривая отражения в однокристальном эксперименте (рис. 20а), в котором сканирование осуществляется с помощью детектора, жестко связанного с щелевым устройством, линейного размера S , находящегося на расстоянии L от источника, задается следующим образом

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

где ϑ - угол падения излучения на кристалл, в случае не расходящегося пучка $\vartheta = 0$, в случае, например, синхротронного источника $\vartheta \in (-6^\circ; 6^\circ)$; $g_{\lambda}(\lambda)$ - спектральная плотность распределения пучка (2.3.1); $g_{\vartheta}(\vartheta)$ - угловая плотность распределения пучка (2.3.2); P_M - коэффициент отражения от неподвижного кристалла, далее мы будем его называть монохромато-

ром, слагаемое $\frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \tan(\theta_B)$ - возникает из условия Брэгга и говорит о том, что разные длины волн отражаются под разными углами. Суммирование проводится, во-первых, вдоль угловой апертуры детектора, которая задается размером щелевого коллиматора перед ним, а пределы определяются исходя из ее углового положения θ относительно оптической оси (зеркально отраженного луча) $\vartheta_{s1} = \theta - \frac{S}{2L}$, $\vartheta_{s2} = \theta + \frac{S}{2L}$, S - линейный размер щелевого устройства, L - расстояние от источника до щели. Во-вторых, суммирование осуществляется по всем λ , из-за свойства детектора не различать разные длины волн. На рис. 43 приведен результат сканирования расходящегося пучка от рентгеновской трубки после отражения от неподвижного кристалла кремния Si(220) для разных размеров щелевого коллиматора в сравнении с расчетными.

2.3.5. Методика получения 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 поля [30] (пьезоэлектрический эффект), температуры [31] или влияние магнитного поля.

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.

ω - 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. 21). Получаемая в результате кривая носит название кривой качания.

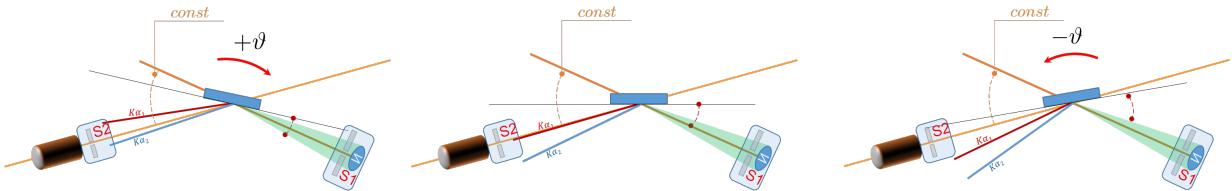


Рисунок 21 - Схема реализации ω - сканирования

$\vartheta - 2\vartheta$ - сканирование

В отличие от предыдущего, данный метод сканирования соответствует изменению модуля вектора рассеяния при неизменном его угловом положении (рис. 22). Угловое положение падающего пучка и детектора изменяется синхронно и симметрично относительно используемой системы атомных плоскостей, а установленная перед детектором апертурная щель вырезает только зеркально отраженную часть пучка. Именно поэтому при построении карт пространственного распределения спектра полосы щелей на этих картах остаются неподвижными (т.к. несмотря на движение щели S_2 в процессе $\vartheta - 2\vartheta$ - сканирования ее отстройка от зеркального положения всегда равна 0).

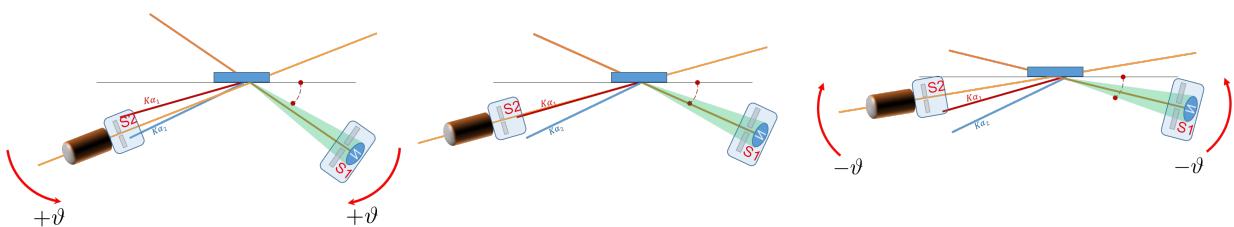


Рисунок 22 - Схема реализации $\vartheta - 2\vartheta$ - сканирования

Кроме того, используемый подход основанный на спектрально-угловом представлении для данного типа сканирования, наглядно демонстриру-

ет интересный эффект. Независимо от ширины входной и приемной щелей характеристическая линия спектра трубы $k_{\alpha 2}$ всегда вносит вклад в КДО, проявляясь в виде дополнительного пика на ее хвосте, что будет показано далее.

2.3.5.1 Выражение для расчета двухкристальных КДО

Для того, чтобы разобраться в том, как формируются экспериментальные двухкристальные КДО, нам необходимо построить спектрально-угловое распределение в соответствии со схемой эксперимента (рис. 23а).

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

Выражение (2.3.5) определяет спектрально угловое распределение после прохождения двух кристаллов с коэффициентами отражения P_M (монохроматор) и P_S (образец), причем последний принимает во внимание положение угла отстройки θ относительно точного Брэгга (рис. 23б).

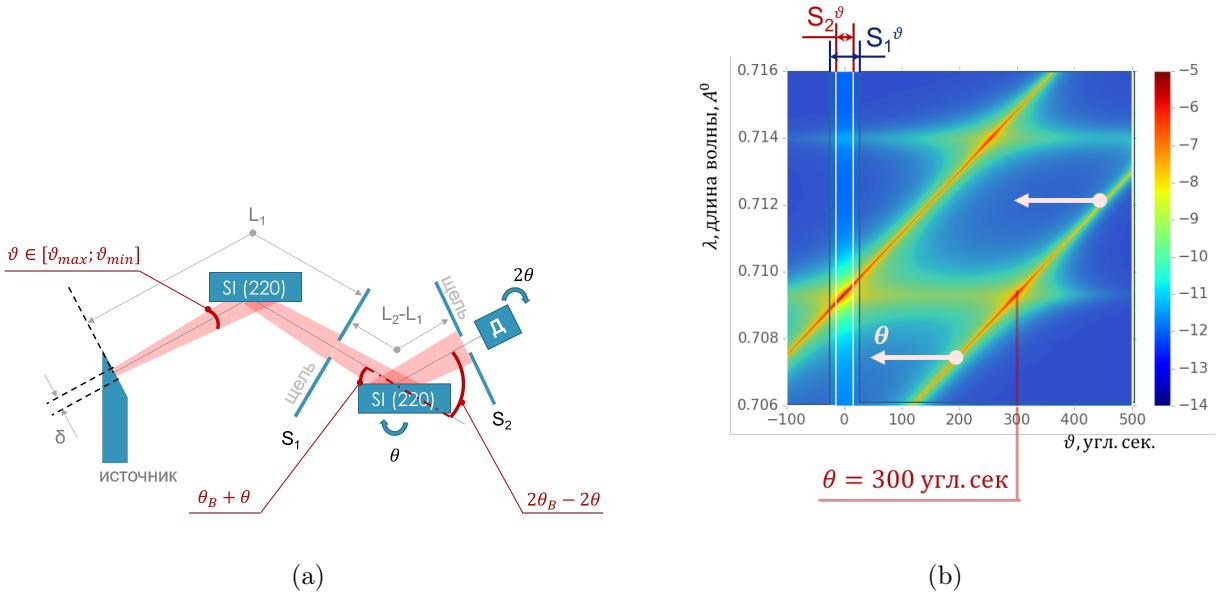


Рисунок 23 - Схема (а) и спектрально-угловое распределение (б) после отражения расходящегося, полихромотического пучка. Несмотря на то, что в экспериментальной схеме детектор со щелью не статичны, на карте обе щели S_1 и S_2 неподвижны. Положение щелевых устройств обозначено синей и белой линиями вблизи $\vartheta = 0$ угл.сек. Кристалл-образец выведен из точного брэгговского положения на 300 угл. сек.

Выражение (2.3.5) не учитывает особенности влияния щелевых коллиматоров, о которых мы говорили в (раздел 2.3.2). Учтем тот факт, что детектор не разделят энергетическую составляющую пучка, тогда конечное выражение для описания двухкристального эксперимента примет вид:

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

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

На рис. 24 изображен процесс формирования бездисперсионной КДО, где происходит движения справа-налево прямой отражения для кристалла-

брата, в момент пересечения на детекторе фиксируется максимальное отражение интенсивности.

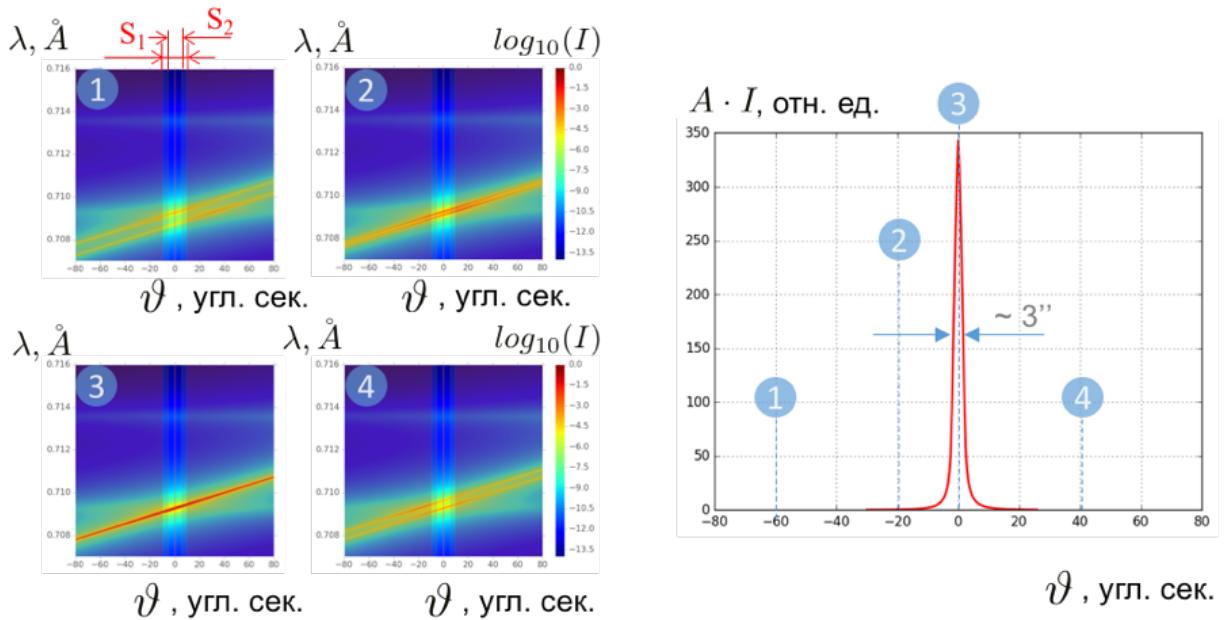


Рисунок 24 - Формирование двухкристальной кривой дифракционного отражения ($\theta - 2\theta$ - сканирование), $\theta_B^M = \theta_B^S = 10.6^\circ$

В том случае, если схема дисперсионная т.е. угол Брэгга кристалла - образца отличен от угла Брэгга кристалла-монохроматора, наблюдается уширения двухкристальных кривых (рис. 25).

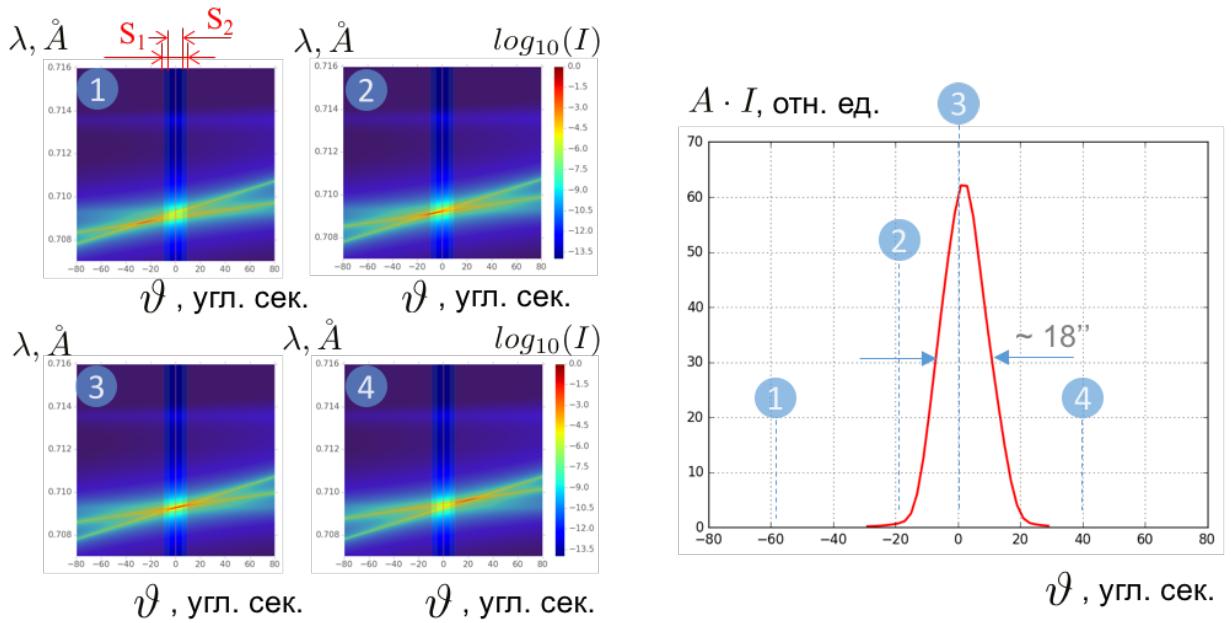


Рисунок 25 - Формирование двухкристальной кривой дифракционного отражения ($\theta - 2\theta$ - сканирование) в случае наличия дисперсии, $\theta_B^M = 10.6^\circ$, $\theta_B^S = 21.6^\circ$

2.3.6. Методика получения трехкристальных кривых дифракционного отражения

2.3.6.1 Карта рассеяния в прямом пространстве

На кристалл монохроматор (M) падает расходящийся набор рентгеновских лучей, каждый из которых характеризуется отстройкой ϑ от точного брэгговского направления (рис. 26). Отраженный луч с интенсивностью $I_0 P_M(\vartheta)$ далее падает на образец и дальше $I_0 P_M(\vartheta) P_S(\vartheta)$ на анализатор $I_0 P_M(\vartheta) P_S(\vartheta) P_A(\vartheta)$, сохраняя величину отстройки.

Необходимо также ввести угловые отстройки от точного брэгговского положения для образца (S) θ и анализатора (A) ε (углы отсчитываются в сторону увеличения угла падающего луча). В результате поворота образца на угол θ излучение отраженное от монохроматора, падает на образец под углом $\theta_B + \theta + \vartheta$. Если кристалл повернуть на угол θ , отраженный повернется на удвоенный угол 2θ , в итоге излучение падает на анализатор (A) под углом $\theta_B + 2\theta - \varepsilon + \vartheta$ [16].

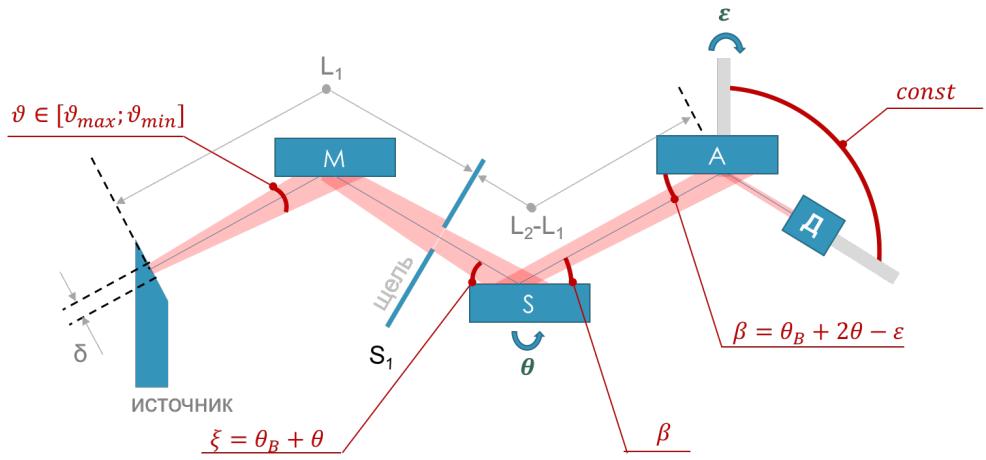


Рисунок 26 - Схема трехкристального эксперимента, θ - отстройка образца от точного угла Брэгга, ε - угол отстройки анализатора относительно положения оптической оси

Учитывая что рентгеновская трубка имеет полихроматический спектр, лучи падающие под разными углами могут отражаться с одинаковым коэффициентом отражения за счет разной энергии $\frac{\lambda - \lambda_1}{\lambda_1} \tan(\theta_B)$, спектрально угловое распределение, исходя из вышесказанного, задается выражением:

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

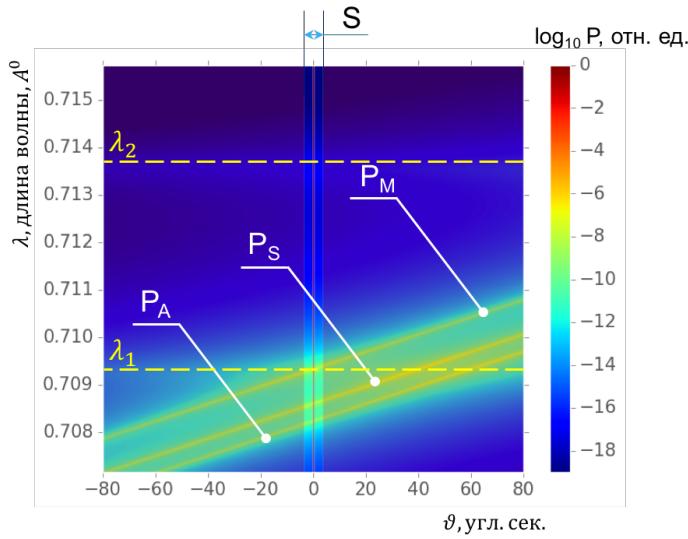


Рисунок 27 - Спектрально-угловое распределение для случая наличия трех кристаллов в схеме для лабораторного источника с молибденовым анодом. Прямая образца отстроена на $\theta = -50''$, анализатора на $\varepsilon = 20''$ относительно зеркально отраженного луча после кристалла-образца. Так же на схеме изображено щелевое устройство размером около 7 ''

Анализ движения прямых отражения на спектрально-угловом распределении (рис. 27) от угла отстройки образца θ и анализатора ε показывает, что суммарная интенсивность зафиксированная детектором внутри щелевого устройства S имеет вид пикообразной кривой состоящей из трех максимумов (рис. 28).

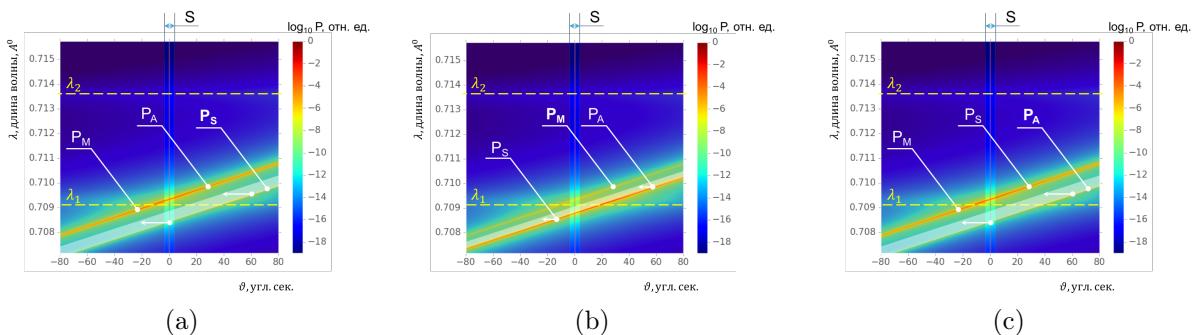


Рисунок 28 - Формирование карты рассеяния в прямом пространстве, вдоль направления (a) главного пика, (b) псевдо пика монохроматора, (c) псевдо пика анализатора

Максимальная интенсивность в случае сканирования по всем углам отстройки кристалла - образца и кристалла - монохроматора возникает в том случае, когда две из трех прямых, соответствующих коэффициентам

отражения от кристаллов, находятся на одном угловом положении (рис. 28), а третья осуществляет движение.

Главный пик

Главный пик (ГП) формируется в случае отстройки кристалла-образца от точного угла Брэгга, максимум при $|\theta| >> 0''$ имеет место при повороте анализатора на $\varepsilon = 2\theta$, тогда выражение (2.3.7) примет частный вид

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

как видно на рис. 28а, прямая анализатора и образца перекрывают друг друга и пик формируется движением прямой образца. Такой режим сканирования в экспериментальной практике называется $\theta - 2\theta$ сканированием, угол поворота кристалла образца соответствует удвоенному повороту анализатора. В этом случае мы движемся вдоль пика чисто когерентного рассеяния, т.е. направляя на образец луч с конкретными значениями отстройки ϑ и энергией соответствующей λ , а дальше анализируем отраженный луч, с той же энергией и угловой составляющей. Для примера, это будет показано дальше, образец с измененным межплоскостным расстоянием будет смещать максимум отражения именно вдоль направления главного (когерентного) пика.

Псевдо пик монохроматора

Псевдо пик монохроматора (ППМ) (рис. 28б) формируется когда прямые образца и анализатора двигаются вместе, перекрываясь между собой. Угол отстройки образца и анализатора совпадает $\theta = \varepsilon$.

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

Псевдо пик анализатора

Псевдо пик анализатора (ППА) формируется когда монохроматор и образец находятся в точном брэгговском положении, перекрываясь между собой. Движение вдоль ППА осуществляется движением анализатора на карте спектрально углового распределения (рис. 28c). Угол отстройки образца и анализатора совпадает $\theta = 0$.

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

Интенсивность на детекторе

Необходимо учитывать что детектирующее устройство суммирует всю интенсивность в пределах своей аппертуры и по всем длине волн, таким образом выражения для распределения интенсивности в методе трехкристальной рентгеновской дифракции имеет следующий общий вид:

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

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

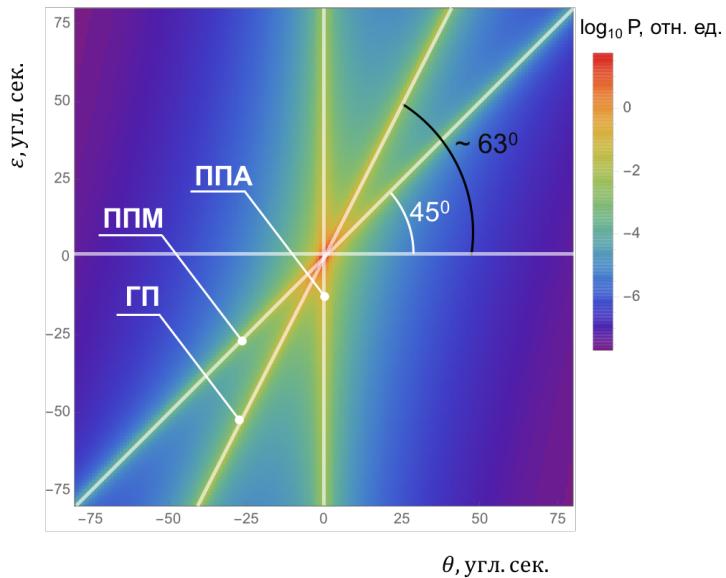


Рисунок 29 - Трехкристальная карта распределения в пространстве углов отстройки θ - образца и ε - анализатора

Анализ показывает, что ГП находится под углом 60° , т.к. сканирование осуществляется вдоль $\varepsilon = 2\theta$, а $\arctan\left(\frac{\varepsilon}{\theta}\right) = 63.4^\circ$. ППМ образует угол 45° , т.к. $\varepsilon = \theta$.

2.3.6.2 Карта рассеяния в обратном пространстве

Удобным для интерпретации является построение трехкристальных карт в обратном пространстве. Таким образом мы становимся не зави-

симыми от наличия разных типов дифрактометров, в одних из которых формирование главного пика осуществляется поворотом образца и поворотом на двойной угол анализатора (TPC), в других же дифрактометрах (Rigaku) образец в процессе такого сканирования остается в статичном положении, а поворачивается источник и детектор на одинаковые углы. Угловые положения падающего пучка и анализатора определяет вектор рассеяния \vec{q} , такой вектор можно разложить на составляющие: q_z - вертикальную составляющую, направленную перпендикулярно от поверхности отражающей плоскости и q_x - горизонтальную составляющую, лежащую в отражающей плоскости (рис. 30).

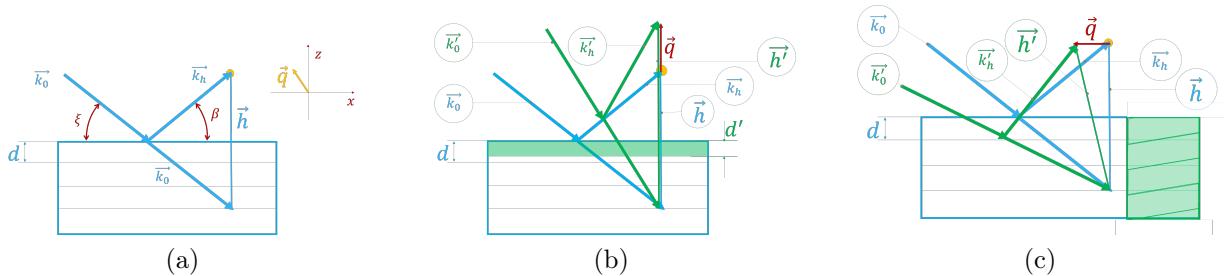


Рисунок 30 - Отклонение вектора обратной решетки от точного брэгговского положения (а), соответствующее (б) деформации в кристалле, (б) разориентации отражающих плоскостей

Для симметричного отражения эти составляющие связаны с отклонением образца θ и анализатора ε от нулевых положений в номинальном угле Брэгга следующими уравнениями [11]:

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

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

Таким образом, сканирование образцом влияет только на q_y - слева направо в обратном пространстве. Сканирование анализатора влияет на оба вектора, изменение только одного q_z достигается за счет $\theta - 2\theta$ сканирования.

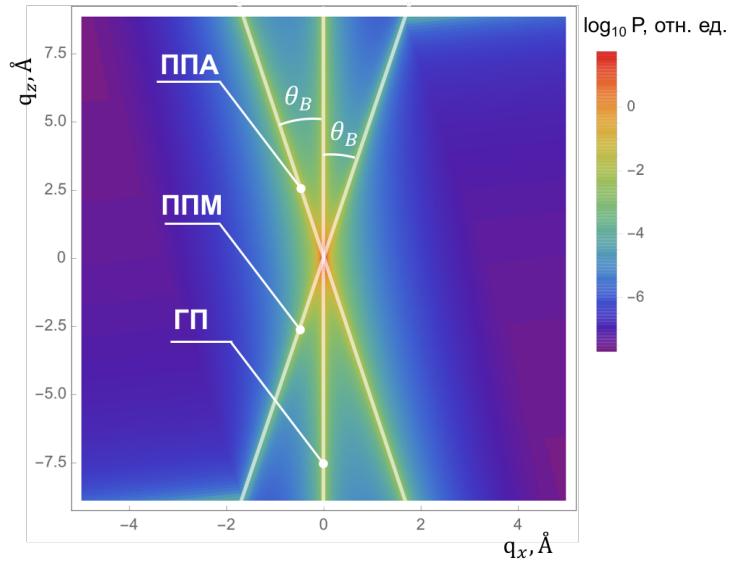


Рисунок 31 - Карта рассеяния в обратном пространстве

Угол между ГП и ПП определяется исходя из соотношений (2.3.12, 2.3.14) и равен углу Брэгга образца:

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

2.3.7. Методика расчета пьезоэлектрических констант по данным дифракции

Согласно сказанному в (1.5), в определенных кристаллографических направлениях в условия воздействия внешнего электрического поля, будет возникать деформация сжатия или растяжения. Этим деформациям соответствует изменение межплоскостных расстояний, которое может быть измерено с помощью дифракции рентгеновского излучения по изменению угла брэгговского пика [15].

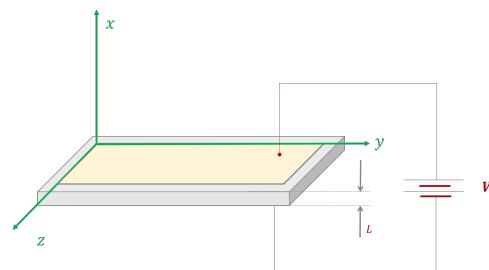


Рисунок 32 - Приложенное электрическое поле к x - срезу образца

Исходя из закона Вульфа - Брэгга, если межплоскостное расстояние получило приращение Δd , тогда изменение угла отражения $\Delta\theta$ составит:

$$\begin{aligned}\Delta d &= \frac{\lambda}{2} \left(\frac{1}{\sin(\theta_B + \Delta\theta)} - \frac{1}{\sin \theta_B} \right) \\ \Delta\theta &= -\frac{\tan \theta_B}{\frac{d}{\Delta d} + 1} = -\frac{\Delta d}{d} \tan \theta_B\end{aligned}\quad (2.3.15)$$

где $\Delta d/d = r$ - 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 модуль рассчитывается исходя из следующего выражения:

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

Выражение (2.3.16) было использовано в следующих работах [7, 15, 29, 30] для пересчета отстройки 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 элементарная ячейка на которой обозначены кристаллографические направления по отношению к декартовой системе координат.

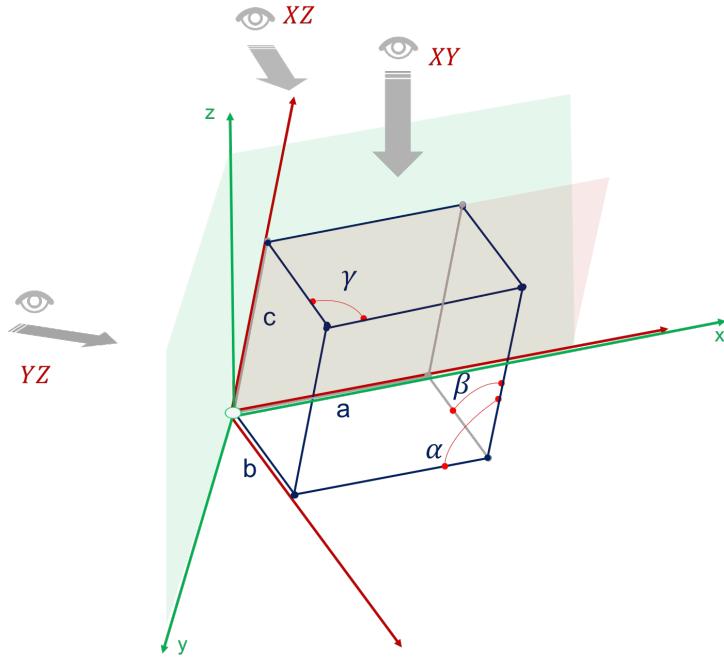


Рисунок 33 - Триклиническая ячейка в декартовой системе координат

Рассмотрим деформационное поведение элементарной ячейки при работе пьезоэлектрического эффекта в частном случае для кристалла LGT, в котором поле приложенное вдоль направления X вызывает деформации в направлении действия модулей d_{11} , d_{12} и d_{14} (Приложение 6).

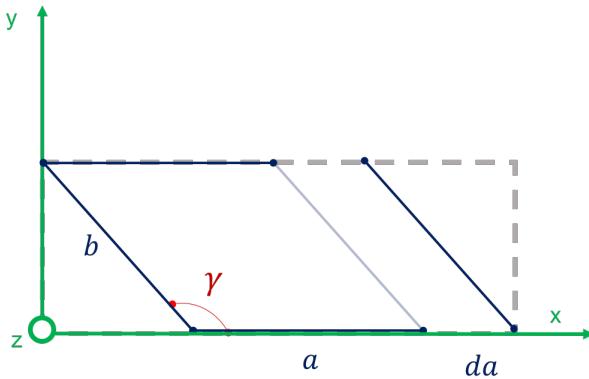


Рисунок 34 - К объяснению действия модуля d_{11} на деформацию ячейки

Для модуля $d_{11} = dx/x$ имеется самая простейшая ситуация, деформация вдоль оси x соответствует изменению параметра решетки a на величину $da = d_{11} \cdot a$ в расчете на метр/вольт, если перпендикулярно оси вырезать пластинку толщиной L (рис. 32), и на обкладки такого конденсатора подать напряжение V , то "новый" параметр решетки a' будет равен:

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

Для модуля $d_{12} = dy/y$, вследствие приложенного электрического поля вдоль направления x , ячейка деформируется по некоторым параметрам одновременно. Происходит не только увеличение параметра b , но и изменение угла γ (рис. 35).

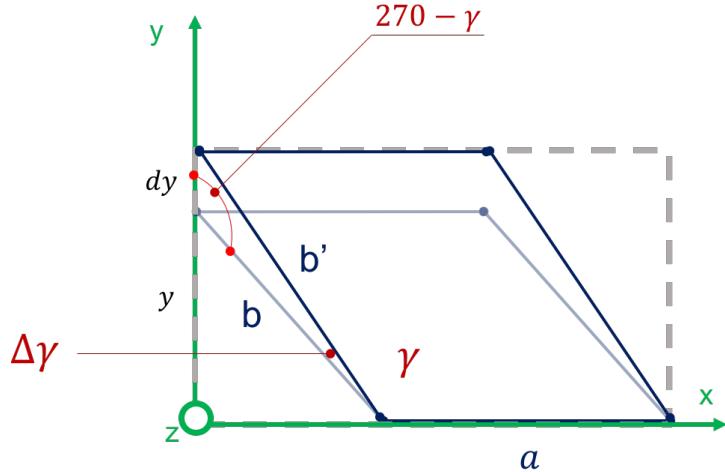


Рисунок 35 - Вклад пьезоэлектрического модуля d_{12} в деформационное поведение элементарной ячейки, вид сверху (XY)

Исходя из теоремы косинусов получим измененный параметр b :

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

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

Из теоремы синусов следует изменение параметра γ

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

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

Модуль $d_{14} = dy/z$ является сдвиговым, его действие обуславливается не только изменением угла β , но параметра c (рис. 36).

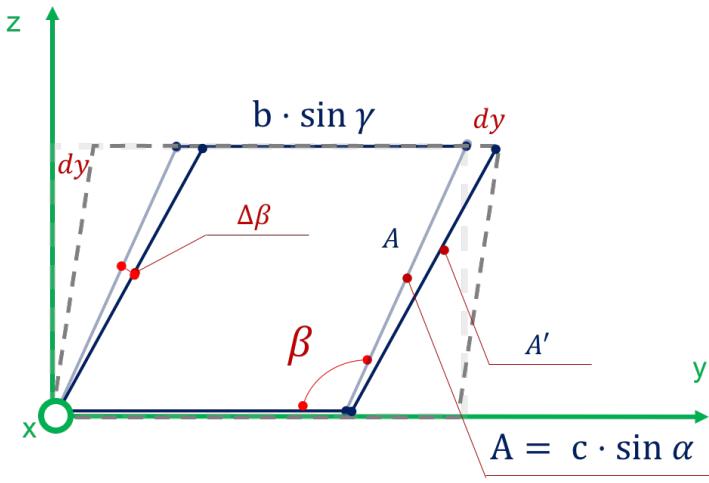


Рисунок 36 - К объяснению действия модуля d_{14} на деформацию ячейки, вид (YZ)

из теоремы косинусов получим зависимость величины сдвига от параметра решетки , который находится под наклоном к плоскости YZ на угол α .

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

сделаем приближение по малому углу $\Delta\beta$, тогда величина сдвига будет определяться разностью длин сторон треугольника

$$dy = A' - A$$

из теоремы синусов приращение угла β задается выражением,

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

где

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

тогда конечные выражения для измененных параметров 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 межплоскостное расстояние для выбранных индексов отражения до (недеформированная ячейка) и после (деформированная) приложения электрического поля.

2.3.8. Методика эксперимента по измерению пьезоэлектрических констант

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 проснять кривую дифракционного отражения до и после приложенного напряжения (рис. 37).

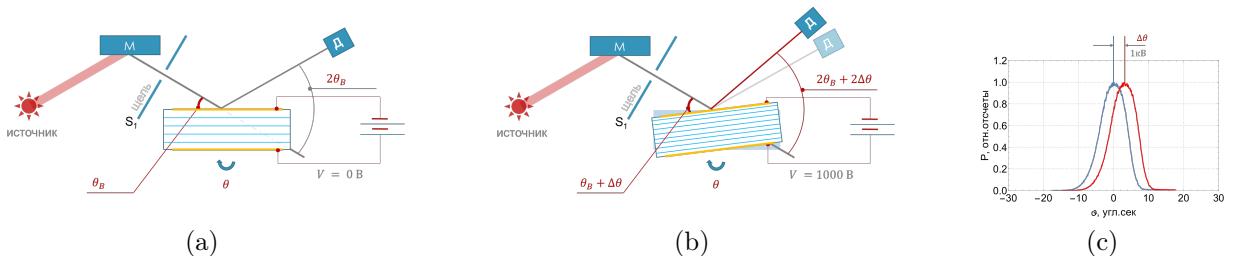


Рисунок 37 - Схематичное представление методики измерения сдвига брэгговского максимума. Схема (а) в отсутствии электрического поля, (б) под действием электрического поля проходит изменение угла Брэгга, (в) изменение положения максимума КДО

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

2.3.8.2 Времяразрешающий метод

Другой метод предложенный авторами работы [28] заключается в измерении интенсивности для разной отстройки от точного брэгговского угла

кристалла образца в двухкристальной схеме дифрактометра. Необходимо встать в произвольную точку на кривой дифракционного отражения, другими словами выведем интенсивность детектора из максимума отражения в точку на склоне кривой (Рис. 38).

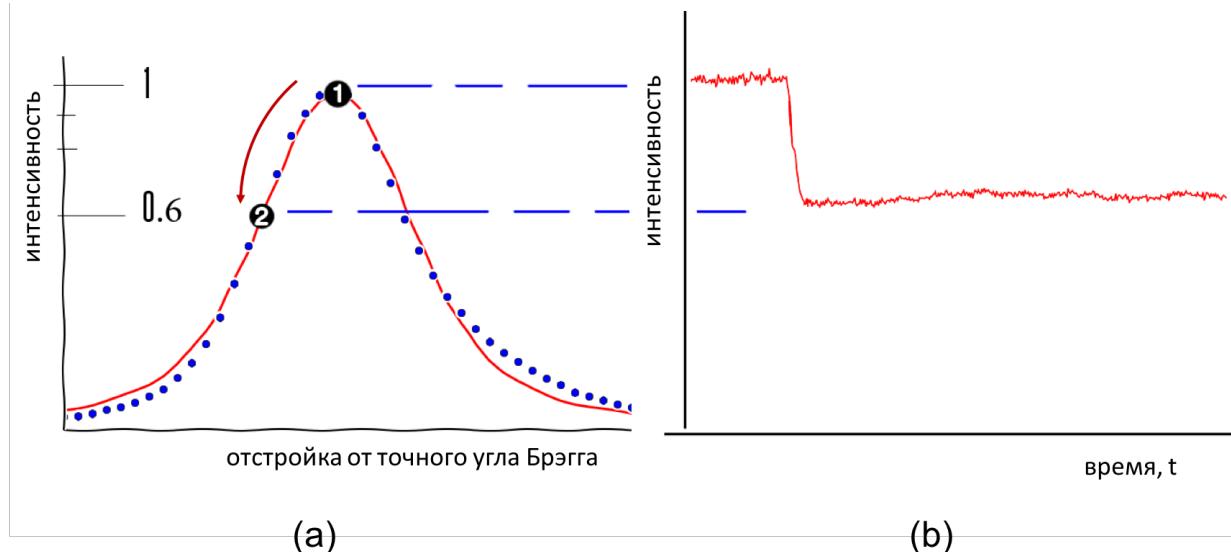


Рисунок 38 - Смещение точки на КДО (а), интенсивность сигнала на детекторе (б)

При включении электрического поля (рис. 39б) для разных направлений наблюдаем изменение интенсивности на детекторе (рис. 39а). Изменение интенсивности характеризует динамику смещения двухкристальной КДО (рис. 39с) вследствие изменения межплоскостного расстояния в образце.

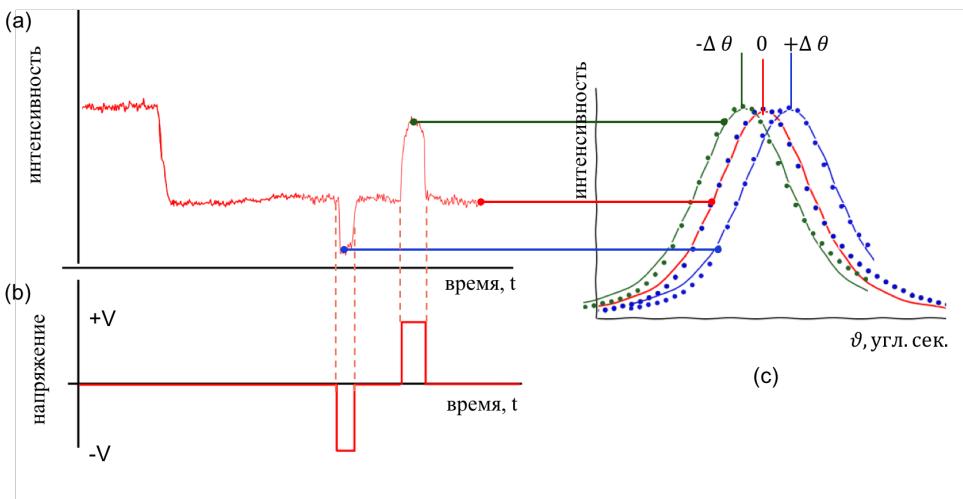


Рисунок 39 - Интенсивность сигнала на детекторе (а); (б) величина приложенного напряжения к поверхности кристалла; (с) восстановленное положение КДО

Данный метод является наиболее быстрым, т.к. изменение интенсивности на детекторе происходит практически сразу (за время порядка - мс.), из рис. 39 видно, что время за которое деформируется кристалл много меньше разрешающей способности метода. Данная методика применима в том случае, если КДО полученная от кристалла - пьезоэлектрика, под воздействием электрического поля, остается постоянной.

3. Результаты и обсуждения

3.1. Аппаратная функция

3.1.1. Угловая составляющая спектра рентгеновской трубки

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

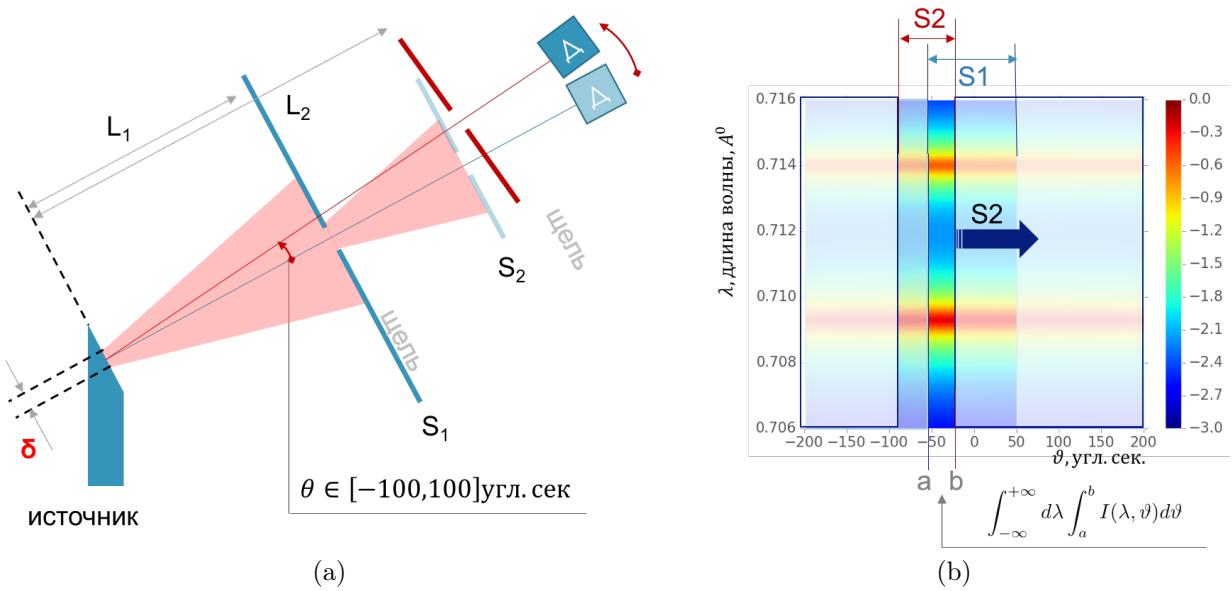


Рисунок 40 - (а) Схема эксперимента в отсутствии отражающих элементов, (б) принцип интегрирования в случае точечного источника рентгеновского излучения, для случая протяженного см. (Приложение 4)

Ввиду отсутствия линейного детектора для прямого наблюдения углового распределения интенсивности рентгеновского пучка после его прохождения через систему щелевых устройств (рис. 40а), возникает необходимость изменять угловое положение второго щелевого устройства (S_2) и измерять суммарную интенсивность за ним.

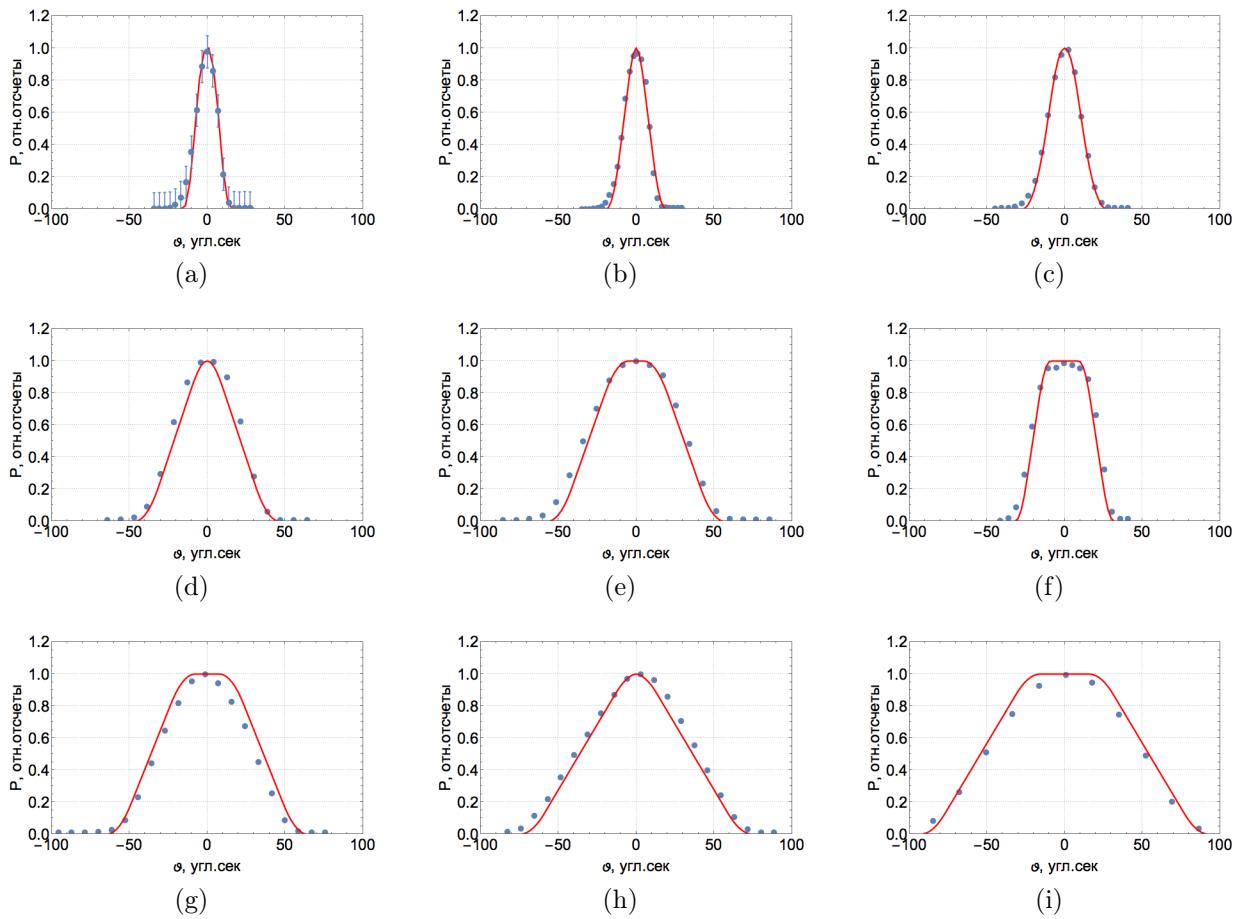


Рисунок 41 - Угловое распределение интенсивности в случае для системы из двух щелевых устройств, находящихся на расстоянии $L_1 = 570\text{мм}$ и $L_2 = 1005 \text{ мм}$; для первой и второй соответственно ($\delta = 0.1 \text{ мм}$). (красная линия) - расчет, (синие точки) - эксперимент для (а) $S_1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

Исходя из полученных результатов 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 серии экспериментов позволил уточнить линейный размер источника $\delta = 0.1\text{мм}$, значение которого было использовано во всех остальных расчетах.

3.1.2. Спектральная функция рентгеновского источника

Так как в нашем случае лабораторный источник рентгеновского излучение имеет некое угловое (см. 2.3.1) и спектральное распределение для исследования материалов требуется наличие монохроматора, принцип действия которого был описан в разделе 2.3.4. Такой луч, отражаясь от кристалла (схема на рис. 20), разделяется в пространстве в соответствие с условием Брэгга (разные длины волн отражаются под разными углами).

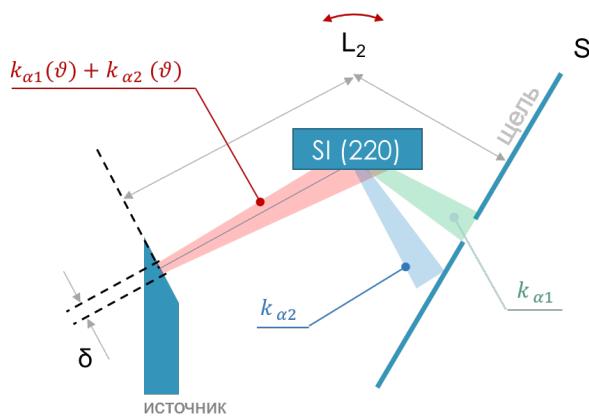


Рисунок 42 - Схема однокристального эксперимента, лучи с разной энергией отражаются под разными углами в соответствии с условием Брэгга

Интенсивности отражения рентгеновского излучения приведенная на рис. 43 может быть получена в зависимость от угла поворота кристалла или движение детектора с щелевым устройством, задающим его апертуру. В качестве кристалла был взят монокристалл кремния Si(220).

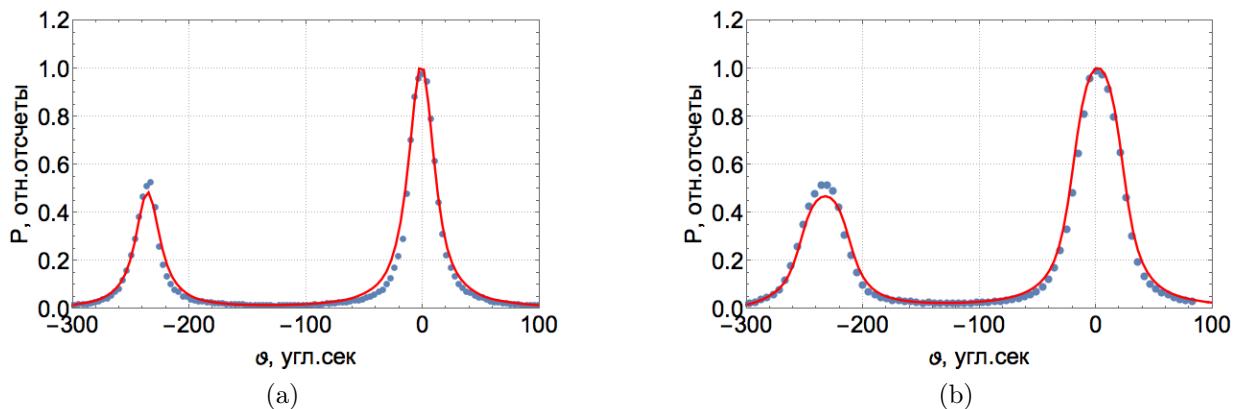


Рисунок 43 - Угловая зависимость интенсивности после отражения характеристического излучения от кристалла монохроматора. (красная линия) - расчет, (синие точки) - эксперимент для (а) $S = 50$ мкм; полуширина $k_{\alpha 1}$ линии ($\vartheta = 0$) составляет около 30 угл.сек., (б) $S = 200$ мкм; полуширина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

Результат сравнения экспериментальной картины дифракции и моделирования подтверждает правильность выбора функции спектра рентгеновской трубы (2.3.1), которая представляет из себя сумму двух функций Лоренца, взятых с весовыми коэффициентами. Так же можно пренебречь наличием тормозного излучения спектра трубы.

3.2. Двухкристальные КДО

3.2.1. Бездисперсионная схема

На рис. 44 приведены результаты численного расчета в соответствии с выражением (2.3.6). В качестве кристалла монохроматора и образца был выбран монокристалл кремния с отражающей плоскостью (220), эксперимент проводился в соответствии со схемой (рис. 23а), материалом источника рентгеновского излучения является молибден.

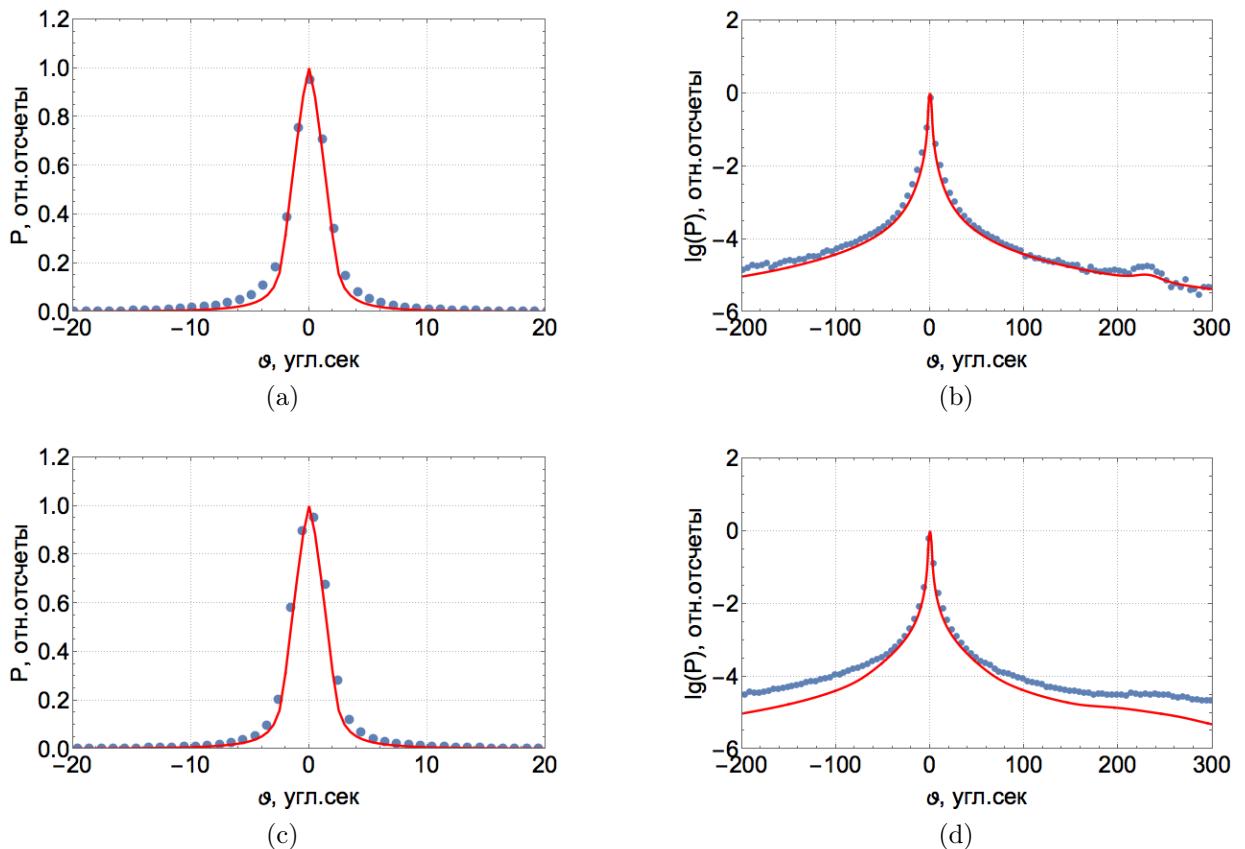


Рисунок 44 - Двухкристальная КДО для схемы с установленным кристаллом монохроматором Si(220) и образцом Si(220). Расстояние до щелевых устройств составляет $L_1 = 570$ мм, $L_2 = 1005$ мм. Линейный размер источника $\delta = 0.1$ мм. (красная линия) - расчет, (синие точки) - эксперимент для размеров щелевых устройств (а) $S_1 = 20$ мкм; $S_2 = 40$ мкм, (б) $S_1 = 20$ мкм; $S_2 = 40$ мкм, (с) $S_1 = 300$ мкм; $S_2 = 200$ мкм, (д) $S_1 = 300$ мкм; $S_2 = 200$ мкм

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, получаемы в бездисперсионной схеме, в случае использования рентгеновской трубки было указано авторами работы [20]

3.2.2. Дисперсионная схема дифракции

Дисперсия возникает когда есть некое спектральное распределение источника и угол Брэгга монохроматора отличается от угла Брэгга исследуемого кристалла-образца (рис. 45а).

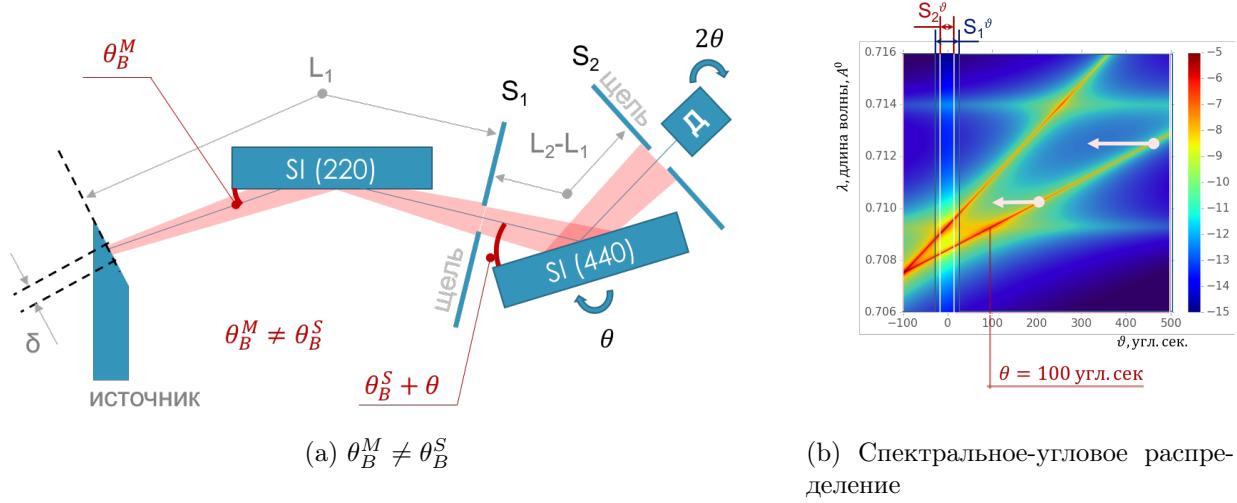


Рисунок 45 - Дисперсионная схема дифракции

Факт наличия дисперсии можно проанализировать на спектрально-угловом распределении (рис. 45b), прямая образца в этом случае не параллельна прямой монохроматора и в области, близкой к точному брэгговскому отражению происходит не наложение одной на другую, как в случае отсутствия дисперсии, а их пересечение. В точке пересечения коэффициент отражения практически равен единице, легко заметить что кривая отражения будет уширенной (рис. 46).

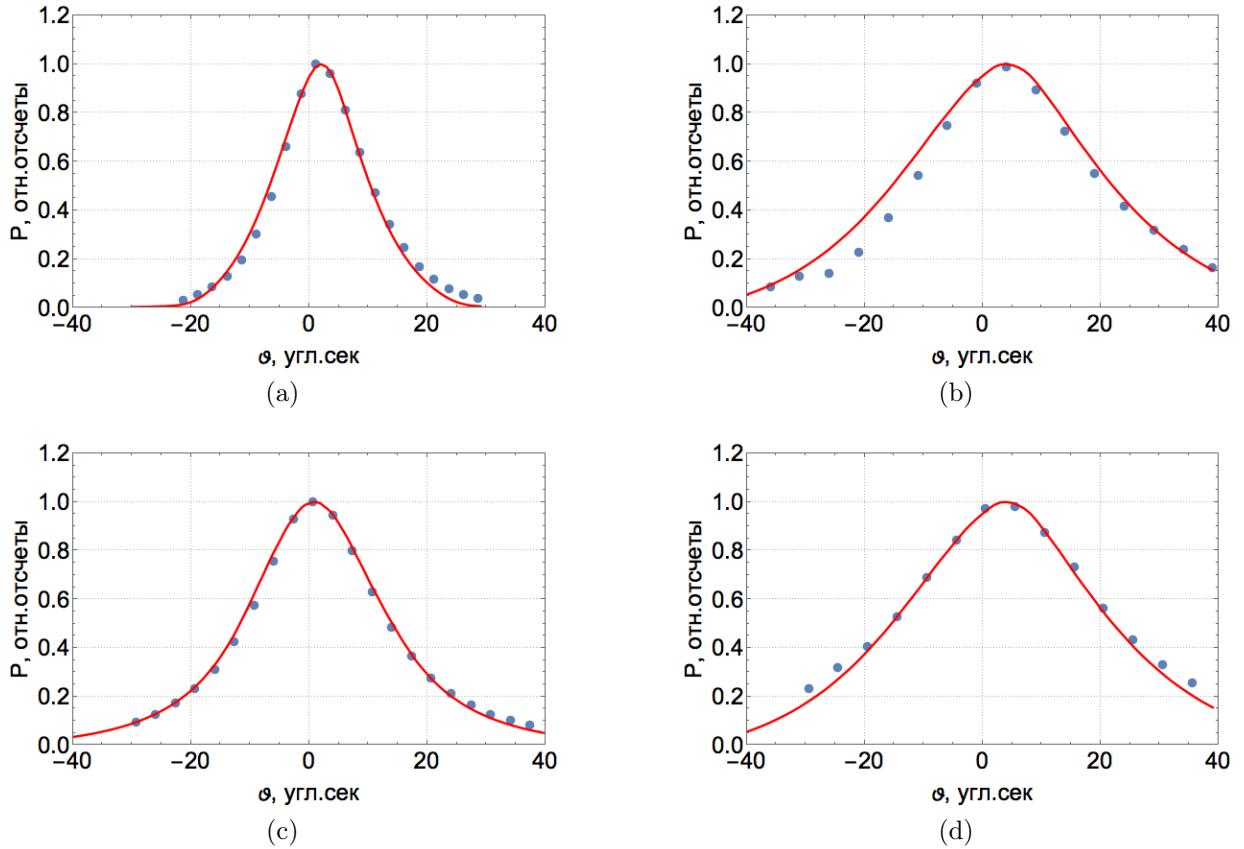


Рисунок 46 - Двухкриスタльная КДО для схемы с кристаллом монохроматором Si(220) - $\theta_B = 10.6^\circ$ для дисперсионного случая для разных размеров щелевых устройств: (а) образец Si(440) - $\theta_B = 21.7^\circ$, $S_1 = S_2 = 100 \text{ мкм}$, (б) образец Si(660) - $\theta_B = 33.7^\circ$, $S_1 = S_2 = 100 \text{ мкм}$, (с) образец Si(440) - $\theta_B = 21.7^\circ$, $S_1 = S_2 = 300 \text{ мкм}$, (д) образец Si(660) - $\theta_B = 33.7^\circ$, $S_1 = S_2 = 300 \text{ мкм}$

В отличие от бездисперсионных КДО (раздел 3.2.1) заметно присутствует влияние размера щелевых устройств.

3.2.3. Асимметричный случай отражения

На рисунке 47 приведены результаты двухкристального эксперимента, где в качестве кристалла образца и монохроматора использовался кристалл кремния Si(440). Образец был взят таким образом, что плоскость отражения располагалась под углом $\phi = 20^\circ 53'$ к поверхности.

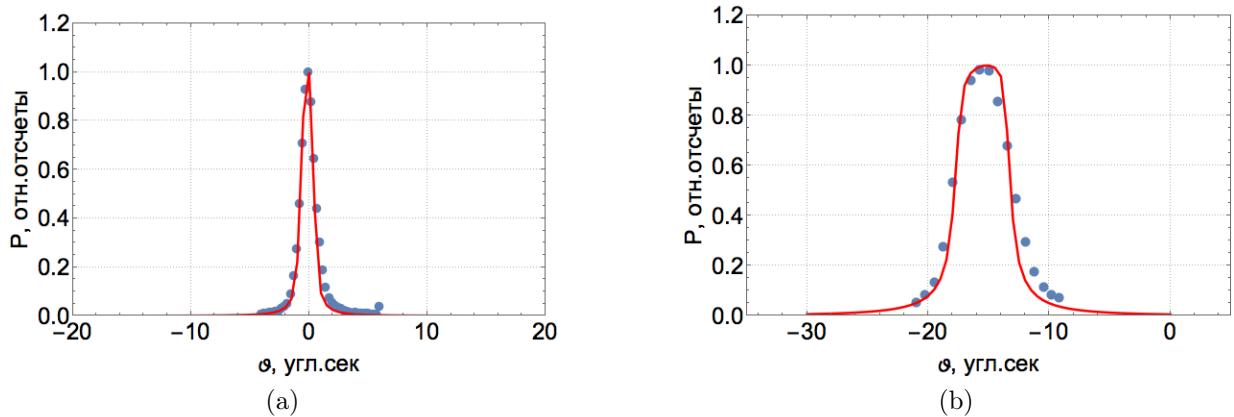


Рисунок 47 - Двухкристальная КДО для схемы с установленным кристаллом монохроматором Si(440) и асимметричным образцом Si(440), угол разориентации поверхности $\varphi = 20^{\circ}53'$ для разных углов падения (а) $b = 33.52$, $\varphi > 0$, (б) $b = 0.03$, $\varphi < 0$. Размер щелевых устройств $S_1 = S_2 = 50$ мкм

3.3. Влияние внешнего электрического поля на двухкристальные КДО

3.3.1. Изменение профиля КДО

Сохранение структурного фактора Уширения за счет дисперсии

3.3.2. Угловой сдвиг КДО

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

5.7. Завершающей частью ВКР являются заключение и выводы, которые содержат обобщение теоретических и практических результатов, изложенных в основной части, и краткое описание основных результатов и выводов работы. Объем выводов и заключения не должен превышать 5 - 7 страниц.

ВЫВОДЫ

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

Приложение 1.

Приведем упрощенный вывод Фурье компонент χ_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 ω_0 - собственная частота колебания электрона (частота электронного перехода), ω - 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 ΔV .

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 ΔN - число зарядов в объеме ΔV ; $\rho = \frac{\Delta N}{\Delta V}$ - 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.

воспользоваться операторным тождеством

$$\operatorname{rot} \operatorname{rot} \vec{E} = \operatorname{grad} \operatorname{div} \vec{E} - \Delta \vec{E} \quad (\text{Приложение 2.0.1})$$

Приложение 3.

```
#-----Монохроматор-----
# статичный элемент
def monohromator(teta, itta, X0, Xh, tetaprmtr_deg, fi):
    tetaprmtr = math.radians(tetaprmtr_deg)
    gamma_0 = math.sin(math.radians(fi) + tetaprmtr)
    gamma_h = math.sin(math.radians(fi) - tetaprmtr)
    b = gamma_0/abs(gamma_h) # коэффициент ассиметрии
    #брэговского отражения
    C = 1
    monohrom = teta-(itta-1)*math.tan(tetaprmtr)
    # угловая отстройка падающего излучения от угла Брэгга
    alfa = -4*math.sin(tetaprmtr) * \
        (math.sin(tetaprmtr+monohrom)-math.sin(tetaprmtr))
    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):
        eps = (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)))
    else:
        eps = prover
    R = (2*eps*gamma_0-X0)/Xh/C
    return (abs(gamma_h)/gamma_0)*abs(R)*abs(R)

#-----Образец-----
# подвижный элемент
def sample(dTeta, teta, itta, X0, Xh, tetaprmtr_deg, fi):
    tetaprmtr = math.radians(tetaprmtr_deg)
    gamma_0 = math.sin(math.radians(fi) + tetaprmtr)
    gamma_h = math.sin(math.radians(fi) - tetaprmtr)
    # коэффициент ассиметрии брэговского отражения # Ignore
    # SpaceConsistencyBear
    b = gamma_0/abs(gamma_h)
    C = 1
    sample = dTeta+teta-(itta-1)*math.tan(tetaprmtr)
    # угловая отстройка падающего излучения от угла Брэгга
    alfa = -4*math.sin(tetaprmtr) * \
        (math.sin(tetaprmtr+sample)-math.sin(tetaprmtr))
    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):
        eps = (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)))
else:
    eps = prover

R = (2*eps*gamma_0-X0)/Xh/C

return (abs(gamma_h)/gamma_0)*abs(R)*abs(R)

```

Приложение 4.

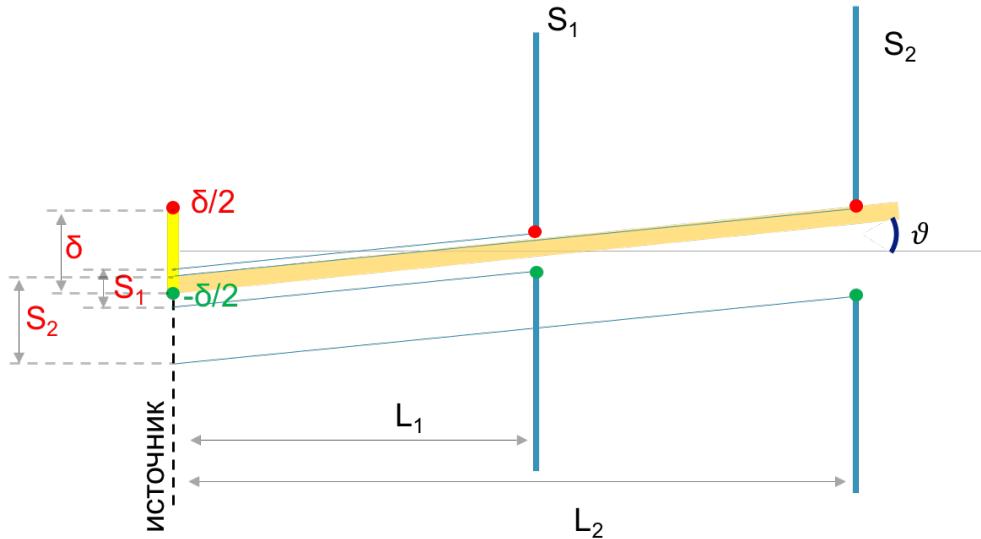


Рисунок 48 - Для расчета пропускной способности системы щелевых устройств

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

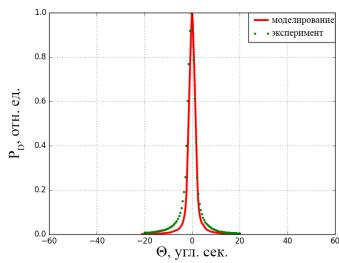
разных направлений ϑ

$$g_s(\vartheta) = \begin{cases} 0, & \text{если } a^{down} \geq a^{up} \\ (a^{up} - a^{down})L_2, & \text{если } a^{down} < a^{up} \end{cases} \quad (\text{Приложение 4.0.1})$$

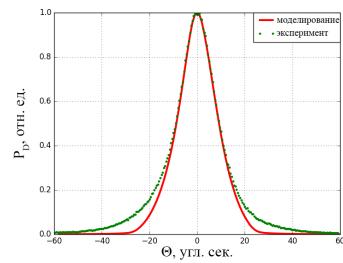
Приложение 5.

Получить формулу

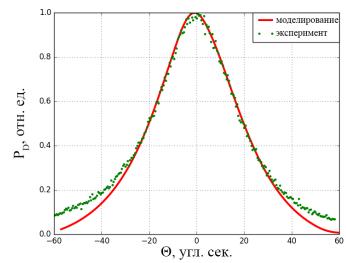
$$f_d^2 = \frac{f_S^2}{b_S} + \frac{f_M^2}{b_M} + \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda} (\tan(\theta_B^S) - \tan(\theta_B^M)) \right)^2$$



(a) $f = 3, \theta_B^M - \theta_B^S = 0$



(b) $f = 18, \theta_B^M - \theta_B^S = 11$



(c) $f = 39, \theta_B^M - \theta_B^S = 23$

Рисунок 49 - Дисперсия

Приложение 6.

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. Отсутствует гистерезис физических свойств, в том числе и пьезоэлектрический эффект, обладают высоким коэффициентом электромеханической связи (более чем в два раза больше, чем у кварца). Высокое удельное сопротивление, которое говорит нам об отсутствии дополнительных эффектов, которые могли бы вносить свой вклад в картину дифракции при воздействии внешнего электрического поля (образование двойного электрического слоя и др.)

LGT кристалл имеет точечную группу симметрии 32 и гексагональной сингонию.

$$\begin{pmatrix} d_{11} & -d_{11} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -d_{14} & 2d_{11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{Приложение 6.0.1})$$

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

Кристалл TeO_2

...

Кристалл $Li_2B_4O_7$

...