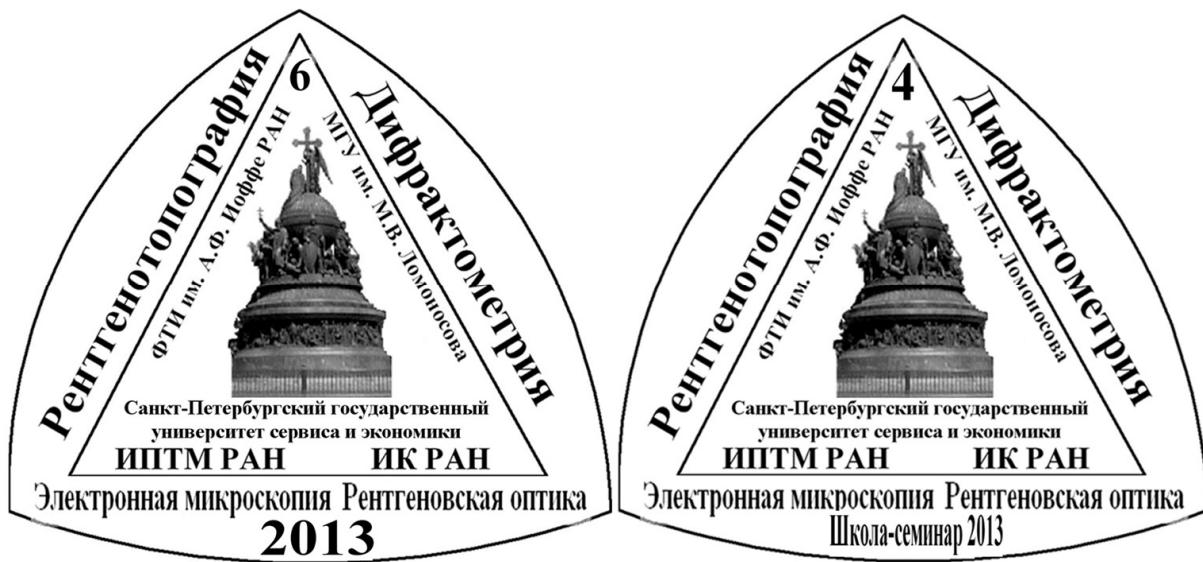


ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМЕНИ А.Ф. ИОФФЕ РАН  
ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И  
ОСОБОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ РАН  
ИНСТИТУТ КРИСТАЛЛОГРАФИИ ИМ. А.В. ШУБНИКОВА РАН  
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ИМЕНИ М.В. ЛОМОНОСОВА  
НОВГОРОДСКИЙ ФИЛИАЛ САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
УНИВЕРСИТЕТА СЕРВИСА И ЭКОНОМИКИ

При поддержке РФФИ и ООО «Брукер»

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ  
АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ  
И АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ  
ОПТИКИ**

Сборник материалов и программа  
Шестого международного научного семинара  
и Четвертой международной молодежной научной  
школы-семинара  
19 – 27 августа 2013 года



**ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД  
2013**



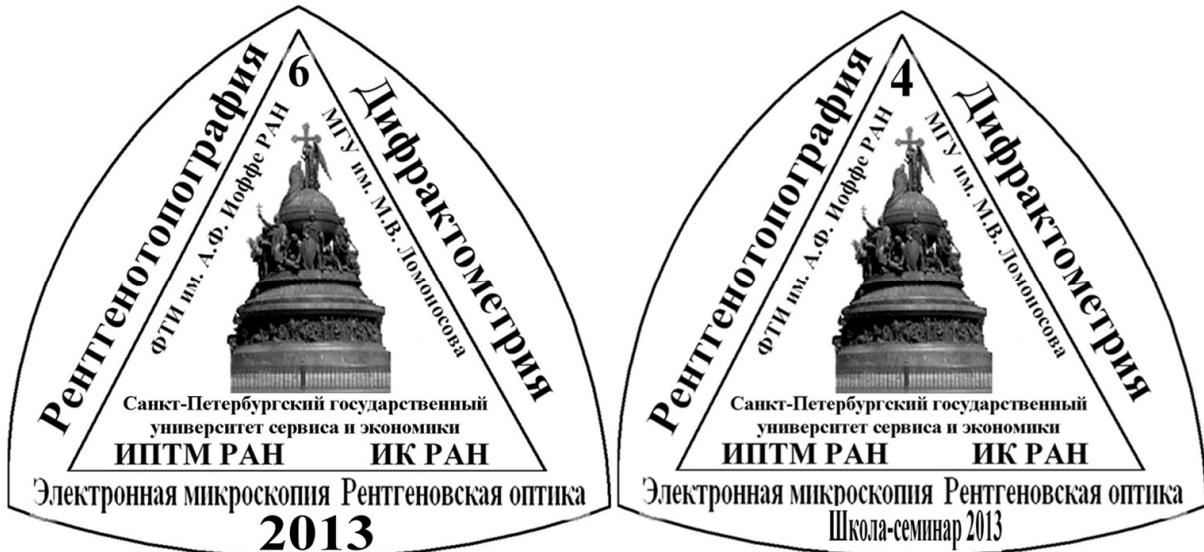
A.F. IOFFE PHYSICO-TECHNICAL INSTITUTE RAS  
 INSTITUTE OF MICROELECTRONICS TECHNOLOGY AND  
 HIGH PURITY MATERIALS RAS  
 A.V. SHUBNIKOV INSTITUTE OF CRYSTALLOGRAPHY RAS  
 M.V. LOMONOSOV MOSCOW STATE UNIVERSITY  
 NOVGOROD BRANCH OF ST. PETERSBURG STATE UNIVERSITY  
 OF SERVICE AND ECONOMY

**Supported by Russian Foundation for Basic Research and Ltd «Bruker»**

**MODERN METHODS  
 OF DIFFRACTION DATA ANALYSIS  
 AND ACTUAL PROBLEMS OF X-RAY OPTICS**

Programme and Materials  
 of the 6 International Scientific Seminar and  
 of the 4 International Scientific School-Seminar

19 – 27 September 2013



VELIKY NOVGOROD  
 2013

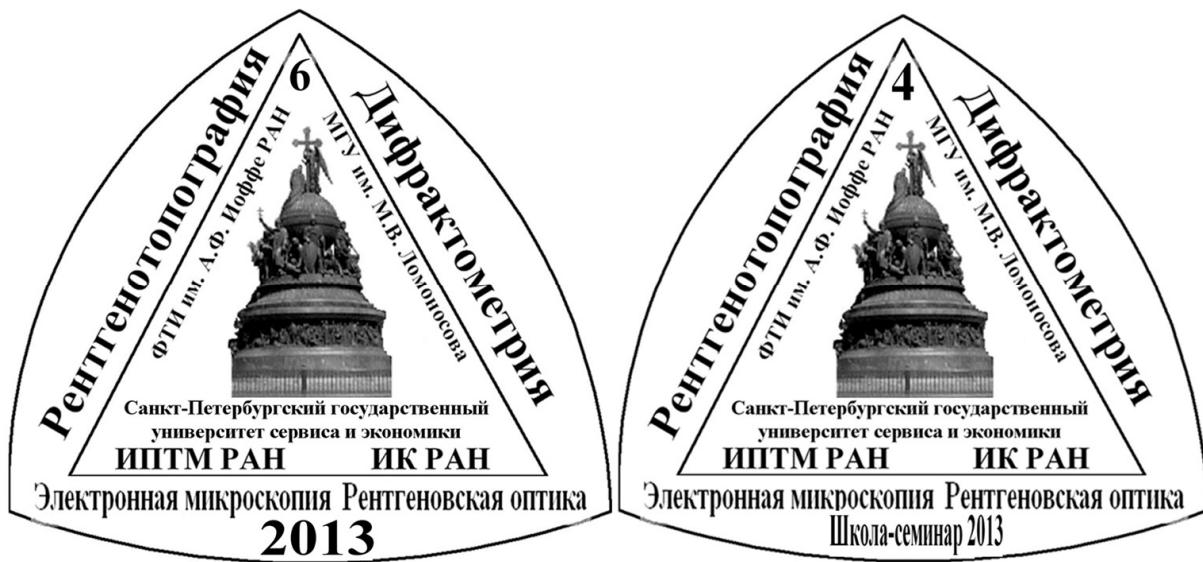


ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМЕНИ А.Ф. ИОФФЕ  
 ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И  
 ОСОБОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ  
 ИНСТИТУТ КРИСТАЛЛОГРАФИИ ИМ. А.В. ШУБНИКОВА  
 МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
 ИМЕНИ М.В. ЛОМОНОСОВА  
 НОВГОРОДСКИЙ ФИЛИАЛ САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
 ЭКОНОМЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

При поддержке РФФИ и ООО «Брукер»

## **СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ И АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ**

Сборник материалов и программа  
 Шестого международного научного семинара  
 и Четвертой международной молодежной научной  
 школы-семинара  
 19 – 27 августа 2013 года



**ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД  
 2013**



УДК 548.0:539.1:539.2:535  
C56

Печатается по решению  
Программного и Организационного  
комитетов семинара и школы-  
семинара

C56 **Современные** методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики: сборник материалов и программа Шестого международного научного семинара и Четвертой международной молодежной научной школы-семинара, 19–27 августа 2013 г. / Состав.: В.А. Ткаль; НФ СПбГУСЭ. – Великий Новгород, 2013. – 258 с.

**Материалы печатаются в авторской редакции**

ISBN 978-5-98769-101-4

Семинар проводится при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 13-02-06045 и № 13-02-06805 и ООО «Брукер»

УДК 548.0:539.1:539.2:535

ISBN 978-5-98769-101-4

- © Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 2013
- © Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 2013
- © Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 2013
- © Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 2013
- © Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного университета сервиса и экономики, 2013
- © Авторы статей, 2013

<b>ОГЛАВЛЕНИЕ</b>	Стр.
<b>ПРОГРАММНЫЙ И ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТЫ СЕМИНАРА И ШКОЛЫ-СЕМИНАРА</b>	<b>6</b>
<b>РЕКЛАМА ООО «БРУКЕР»</b>	<b>7</b>
<b>ПРОГРАММА ШКОЛЫ-СЕМИНАРА И СЕМИНАРА</b>	<b>9</b>
<b>ДОКЛАДЫ ЧЕТВЕРТОЙ ШКОЛЫ-СЕМИНАРА</b>	<b>22</b>
<b>ДОКЛАДЫ ШЕСТОГО СЕМИНАРА</b>	<b>144</b>
<b>АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ</b>	<b>249</b>
<b>ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ СЕМИНАРА И ШКОЛЫ-СЕМИНАРА</b>	<b>253</b>
<b>ГРАФИК ДВИЖЕНИЯ СУДНА «ГОСПОДИН ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД»</b>	<b>256</b>

**Программный комитет  
Шестого международного научного семинара и  
Четвертой международной молодежной научной школы-  
семинара «Современные методы анализа дифракционных  
данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики»**

- 1. Бушуев В.А., МГУ – председатель**
- 2. Кютт Р.Н., ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН – зам.  
председателя**
- 3. Асадчиков В.Е., ИК РАН**
- 4. Пунегов В.И., Коми НЦ УрО РАН**
- 5. Рошупкин Д.В., ИПТМ РАН**
- 6. Суворов Э.В., ИФТТ РАН**

**Организационный комитет  
Шестого международного научного семинара и  
Четвертой международной молодежной научной школы-  
семинара «Современные методы анализа дифракционных  
данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики»**

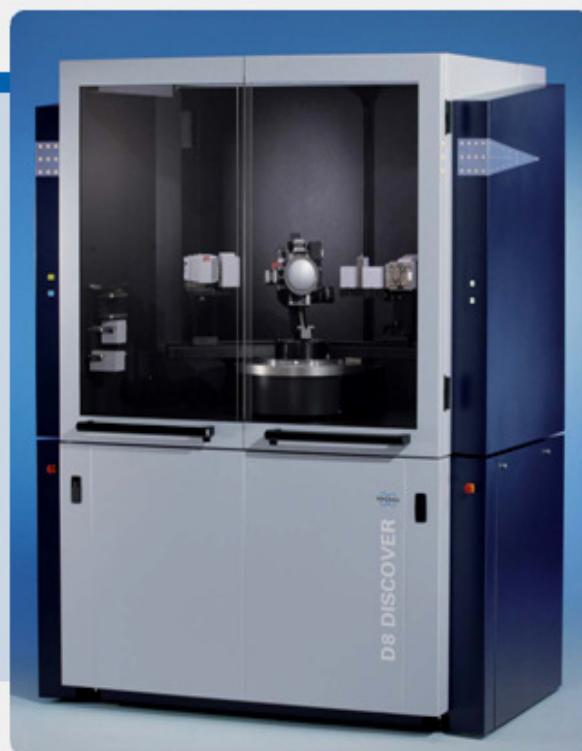
- 1. Сорокин Л.М., ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН –  
сопредседатель**
- 2. Ткаль В.А., СПбГЭУ – сопредседатель**
- 3. Ломов А.А. – ФТИ РАН**
- 4. Кормановская И.Р. – СПбГЭУ**
- 5. Окунев А.О. – НовГУ**

# **Реклама ООО «Брукер»**

## СОВРЕМЕННЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ДИФРАКТОМЕТРЫ



Bruker AXS



### ● Дифрактометр высокого разрешения D8 DISCOVER

- Фазовый и структурный анализ твердых тел (порошки, поли- и монокристаллы)
- Исследование морфологии межслойных границ в многослойных структурах, с толщинами слоев вплоть до нескольких монослоев
- Изучение особенностей морфологии поверхности и приповерхностных слоев по глубине (от десятых долей нанометра)
- Изучение структурных превращений в твердых растворах

think forward

Дифрактометрия

[www.bruker.ru](http://www.bruker.ru)

[www.bruker.com](http://www.bruker.com)

ООО Брукер

119017, Москва,  
ул. Пятницкая д. 50/2 стр. 1,  
Тел: +7 (495) 517-92-84  
Тел: +7 (495) 517-92-85  
Факс: +7 (495) 517-92-86  
[xray@bruker.ru](mailto:xray@bruker.ru)

Представительства группы  
компаний BRUKER

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ:	ТЕЛ. +7 (812) 323-46-09
ЕКАТЕРИНБУРГ:	ТЕЛ. +7 (343) 345-85-92
КАЗАНЬ:	ТЕЛ. +7 (987) 290-81-89
НОВОСИБИРСК:	ТЕЛ. +7 (383) 333-22-41

**Программа  
Четвертой международной  
молодежной школы-семинара  
и  
Шестого международного научного  
семинара  
«Современные методы анализа  
дифракционных данных и  
актуальные проблемы  
рентгеновской оптики»**

**19-27 августа 2013 г.**

**Великий Новгород  
2013**

## ПЕРВЫЙ ДЕНЬ

Понедельник, 19 августа

- 14.30-18.00 Регистрация участников и поселение в каюты судна «Господин Великий Новгород»**
- 18.00-19.00 Открытие школы-семинара и семинара (В.А. Бушуев, В.А. Ткаль)**
- 19.00-20.00 Ужин**
- 20.00-20.30 Отход судна от причала Речного вокзала г. Санкт-Петербурга**
- 21.00-22.00 Культурная программа**

## ВТОРОЙ ДЕНЬ

Вторник 20 августа

**Председатель: А.В. Бузмаков  
Ю.О. Волков**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-10.00</b>	Лекция	<b>РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК В ПРОЦЕССЕ ИХ РОСТА: МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВАЯ ЭПИТАКСИЯ <i>IN VIVO</i></b> <b>В.М. Каганер</b> <i>Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия</i>
<b>10.00-11.00</b>	Лекция	<b>MODERN SCIENCE AT FREE ELECTRON LASERS</b> <b>О.М. Yefanov, A. Barty, H.N. Chapman</b> <i>Center for Free-Electron Laser Science at DESY, Hamburg, Germany</i>
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв <i>Coffee-break</i></b>
<b>11.30-12.30</b>	Лекция	<b>РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ, ВЫРАЩЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ОСЛАБЛЕННОЙ ТЕРМОГРАВИТАЦИОННОЙ КОНВЕКЦИИ</b> <b>И.А. Прохоров<sup>1</sup>, И.Л. Шульпина<sup>2</sup>, Ю.А. Серебряков<sup>1</sup>, И.Ж. Безбах<sup>1</sup></b> <sup>1</sup> НИЦ «Космическое материаловедение» ИК РАН, Калуга <sup>2</sup> ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: И.В Якимчук  
Б.С. Рошин**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>14.30-15.00</b>	Доклад	<b>ИЗУЧЕНИЕ ЗАПРЕЩЕННЫХ ОТРАЖЕНИЙ В КРИСТАЛЛЕ RDP С ПОМОЩЬЮ РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> <b>К.А. Акимова<sup>1</sup>, Е.Н. Овчинникова<sup>1</sup>, В.Е. Дмитриенко<sup>2</sup>, Э.Х. Мухамеджанов<sup>3</sup>, D.V. Novikov<sup>4</sup>, C. Richter<sup>4</sup></b> <sup>1</sup> Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия <sup>2</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия <sup>3</sup> Курчатовский НБИК центр, Москва, Россия <sup>4</sup> Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, Germany
<b>15.00-15.30</b>	Доклад	<b>ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУР, ВЫРАЩЕННЫХ ПРИ НИЗКОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ МЕТОДОМ PECVD</b> <b>Я.С. Гришина, Р.Л. Волков, С.В. Дубков</b> <i>Национальный исследовательский университет «МИЭТ», Зеленоград</i>
<b>15.30-16.00</b>	Доклад	<b>РАСПРЕДЕЛЕНИЯ СИЛ ОСЦИЛЛЯТОРОВ В C1S – СПЕКТРАХ НАНООБРАЗУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ</b> <b>О.В. Петрова<sup>1</sup>, С.В. Некипелов<sup>2</sup>, В.Н. Сивков<sup>1</sup></b> <sup>1</sup> Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

		<sup>2</sup> Коми педагогический институт, Сыктывкар, Россия
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ВЛИЯНИЕ ЛИНЕЙНЫХ И УГЛОВЫХ СМЕЩЕНИЙ ПРЕЛОМЛЯЮЩИХ ЛИНЗ НА ПАРАМЕТРЫ ФОКУСИРОВКИ ПРЕЛОМЛЯЮЩЕЙ ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ</b> <b>М. Поликарпов<sup>1</sup>, М. Любомирский<sup>2</sup>, И. Снигирева<sup>2</sup>, А. Снигирев<sup>2</sup></b> <sup>1</sup> <i>Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ», Москва, Россия</i> <sup>2</sup> <i>ESRF, Гренобль, Франция</i>
<b>17.00-17.30</b>	<b>Доклад</b>	<b>ТЕОРИЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ МАГНИТНОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ: СРАВНЕНИЕ ДИНАМИКИ И КИНЕМАТИКИ</b> <b>М.А. Андреева, <sup>1</sup>Ю.Л. Репченко<sup>2</sup></b> <sup>1</sup> <i>Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия</i> <sup>2</sup> <i>Воронежский Государственный Университет, Воронеж, Россия</i>
<b>17.30-18.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>OPTICAL PROPERTIES OF <math>I/NaA</math> NANOCOMPOSITES</b> <b>M. Ivanova<sup>1</sup>, <u>M. Prokhortenko<sup>1</sup></u>, V. Solovyev<sup>1</sup>, S. Trifonov<sup>1</sup>, V. Veisman<sup>1</sup>, V. Gerbreder<sup>2</sup>, A. Ogurcov<sup>2</sup></b> <sup>1</sup> <i>Pskov State University, Lenin Square 2, Pskov, Russia</i> <sup>2</sup> <i>Daugavpils University, Parades 1, Daugavpils LV5401, Latvia</i>
<b>18.30-19.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЙ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ В БЛИЖНЕМ ПОЛЕ В СХЕМЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТРАНСМИССИОННОЙ МИКРОСКОПИИ</b> <b>В.Г. Кон<sup>1</sup>, <u>Н.В. Цвигун<sup>2</sup></u></b> <sup>1</sup> <i>Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия</i> <sup>2</sup> <i>Институт Кристаллографии им. А В. Шубникова РАН, Москва, Россия</i>
<b>19.00-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

**ТРЕТИЙ ДЕНЬ**

Среда 21 августа

**Председатель: К.А. Акимова  
О.В. Петрова**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-10.00</b>	<b>Лекция</b>	<b>РЕНТГЕНОВСКАЯ РЕФРАКЦИОННАЯ ТОМОГРАФИЯ НА СИНХРОТРОННОМ ИЗЛУЧЕНИИ</b> <b><u>К.М. Подурец</u>, А.А. Калоян, Е.С. Коваленко</b> <b>НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия</b>
<b>10.00-11.00</b>	<b>Лекция</b>	<b>ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА МАССИВЕ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК ЗАДАННОЙ ФОРМЫ</b> <b>Д.В. Сивков</b> <b>Коми научный центр УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия</b>
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.30</b>	<b>Лекция</b>	<b>ПАРАБОЛИЧЕСКОЕ ВОЛНОВОЕ УРАВНЕНИЕ С ПРОЗРАЧНЫМИ ГРАНИЧНЫМИ УСЛОВИЯМИ В РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКЕ</b> <b>Р.М. Фещенко</b> <b>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия</b>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: Ю.Л. Репченко  
М. Поликарпов**

Время	Статус	Название и докладчики
14.30-15.00	Доклад	<b>ВЫЯВЛЕНИЕ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ В СТРУКТУРЕ НЕФТИ ИЗ НЕТРАДИЦИОННЫХ ИСТОЧНИКОВ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОТОМОГРАФИИ</b> <b>А.С. Осадчая<sup>1</sup>, Д.А. Золотов<sup>1</sup>, А.В. Бузмаков<sup>1</sup>, В.Е. Асадчиков<sup>1</sup>, М.К. Рафаилов<sup>2</sup></b> <sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия <sup>2</sup> University of Alberta, ECERF E1-026, Edmonton T6G V24, Canada
15.00-15.30	Доклад	<b>ВЫЯВЛЕНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ДЕФЕКТОВ В ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ КРИСТАЛЛАХ И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ СВОЙСТВ МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ И РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОСКОПИИ</b> <b>Е.Б. Якимов</b> Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
15.30-16.00	Доклад	<b>IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ МОДИФИКАЦИЙ ОРГАНИЧЕСКИХ СИСТЕМ НА ПОВЕРХНОСТИ ЖИДКОСТИ</b> <b>М.А. Марченкова, Ю.А. Дьякова</b> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия
16.00-16.30		<b>Перерыв Coffee-break</b>
16.30-17.30	Доклад	<b>COHERENT HIGH RESOLUTION X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE FOR STRUCTURED OBJECTS BASED ON REFRACTIVE OPTICS</b> <b>P. Ershov<sup>1,2</sup>, S. Kuznetsov<sup>3</sup>, I. Snigireva<sup>1</sup>, V. Yunkin<sup>3</sup>, A. Goikhman<sup>2</sup> and A. Snigirev<sup>1</sup></b> <sup>1</sup> European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France <sup>2</sup> Research and education center of Immanuel Kant Baltic Federal University, Kaliningrad, Russia <sup>3</sup> Institute of Microelectronics Technology of Russian Academy of Science, Chernogolovka, Moscow region, Russia
17.30-18.00	Доклад	<b>НОВЫЕ СИСТЕМЫ РЕГИСТРАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> А.Г. Mkrtchyan <sup>1</sup> , А.Р. Mkrtchyan <sup>1</sup> , А.С. Багдасарян <sup>2</sup> , В.Р. Kocharyan <sup>1</sup> , Г.Л. Айвазян <sup>1</sup> , В.В. Налбандян <sup>1</sup> , Т.Г. Довлатян <sup>1</sup> , А.Е. Мовсисян <sup>1</sup> , <b>О.Р. Мурадян<sup>1</sup></b> , С.А. Миракян <sup>1</sup> <sup>1</sup> Институт прикладных проблем физики НАН АН, Ереван, Армения <sup>2</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия
18.00-18.30	Доклад	<b>СПЕКТРАЛЬНО-УГОЛОВАЯ ШИРИНА ПОЛНО ПЕРЕБРАСЫВАЕМОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> В.Р. Kocharyan, <b>А.Е. Мовсисян</b> , С.Г. Хлопузян, Т.Р. Мурадян Институт прикладных проблем физики НАН АН, Ереван, Армения
19.00-20.30		<b>Ужин</b>
20.30-21.30		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
21.30-23.00		<b>Культурная программа</b>

**ЧЕТВЕРТЫЙ ДЕНЬ****Четверг 22 августа****Председатель: А.С. Осадчая  
М.А. Марченкова**

Время	Статус	Название и докладчики
08.00-09.00		<b>Завтрак</b>
09.00-10.00	Лекция	<b>РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИЯ НА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУРАХ С КОРРЕЛИРОВАННЫМИ КВАНТОВЫМИ</b>

		<b>ТОЧКАМИ</b> <b>В.И. Пунегов</b> <i>Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия</i>
<b>10.00-11.00</b>	<b>Лекция</b>	<b>СРАВНИТЕЛЬНОЕ ОПИСАНИЕ ДВУХВОЛНОВОЙ И ТРЕХВОЛНОВОЙ ДИФРАКЦИИ В ДИСЛОКАЦИОННЫХ СТРУКТУРАХ</b> <b>Р.Н. Кютт</b> <i>ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия</i>
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.30</b>	<b>Лекция</b>	<b>ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ И ПРЕДСТАВЛЕНИЯ СТАТИСТИЧЕСКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ</b> <b>В.А. Бушуев</b> <i>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия</i>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: Д.А. Золотов  
Н.В. Цвигун**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>14.30-15.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАЛИЧИЯ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОЙ ПРИМЕСИ В РАСТВОРАХ ЛИЗОЦИМА</b> <b>С.С. Баскакова</b> , М.С. Лясникова, А.Э. Волошин <i>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия</i>
<b>15.00-15.30</b>	<b>Доклад</b>	<b>ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ СМЕШАННЫХ КРИСТАЛЛОВ <math>K_2Ni_xCO_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O</math></b> <b>Н.А. Васильева</b> , М.С. Григорьева, В.В. Гребенев, А.Э. Волошин <i>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, г. Москва, Россия</i>
<b>15.30-16.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ ГЕКСАГИДРАТА СУЛЬФАТА КАЛИЯ-КОБАЛЬТА НА ИХ СТРУКТУРНОЕ СОВЕРШЕНСТВО И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА</b> <b>Н.А. Дятлова</b> , В.Л. Маноменова, В.В. Гребенев, А.Э. Волошин <i>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, г. Москва, Россия</i>
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ИССЛЕДОВАНИЕ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРИСТАЛЛОВ ЛАНГАТАТА РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ</b> <b>Н.В. Марченков</b> , А.Е. Благов, Ю.В. Писаревский, О.А. Кондратьев <i>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, г. Москва, Россия</i>
<b>17.00-17.30</b>	<b>Доклад</b>	<b>ИЗМЕРЕНИЕ РЕКОМБИНАЦИОННОЙ АКТИВНОСТИ ПРОТЯЖЕННЫХ ДЕФЕКТОВ В КРЕМНИИ С ПОМОЩЬЮ ТОКА, НАВЕДЕННОГО РЕНТГЕНОВСКИМ ПУЧКОМ</b> <b>Я.Л. Шабельникова</b> , Е.Б. Якимов, Р.Р. Фахртдинов, М.В. Григорьев <i>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Россия</i>
<b>17.30-18.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИФРАКЦИИ ОБРАТНО РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ ПОЛУПРОВОДНИКОВ</b> <b>Е.Б. Якимов</b> <i>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия</i>
<b>18.00-19.00</b>	<b>Лекция</b>	<b>ОТРАЖЕНИЕ ВОЛНЫ ОТ ПОТЕНЦИАЛЬНОГО БАРЬЕРА</b>

		<b>И.В. Кожевников</b> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
<b>19.00-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

**ПЯТЫЙ ДЕНЬ****Пятница 23 августа****Председатель: И.А. Жуковская  
М. Прохоренко**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-09.30</b>	Доклад	<b>ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПРЕЛОМЛЯЮЩИХ ЛИНЗ ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ</b> <b>И.И. Лятун</b> <sup>1</sup> , А.Ю. Гойхман <sup>1</sup> , П.А. Ершов <sup>1</sup> , И.И. Снигирева <sup>2</sup> , А.А. Снигирев <sup>1,2</sup> <sup>1</sup> Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград <sup>2</sup> Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция
<b>09.30-10.00</b>	Доклад	<b>АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ</b> А.Ю. Разумовский <sup>1</sup> , М.А. Чернов <sup>1</sup> , А.П. Василенко <sup>2</sup> , <b>И.Д. Лошкарев</b> <sup>2</sup> , Е.М. Труханов <sup>2</sup> <sup>1</sup> ООО ИТЦ «Радикон», 195112, Санкт-Петербург, Россия <sup>2</sup> Институт Физики Полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия
<b>10.00-10.30</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МАЛОУГЛОВЫХ ГРАНИЦ, ВОЗНИКАЮЩИХ В ГЕТЕРОСИСТЕМАХ GeSi/Si с ВИЦИНАЛЬНЫМИ ОРИЕНТАЦИЯМИ (001)</b> <b>А.В. Колесников</b> , Е.М. Труханов, И.Д. Лошкарев, А.С. Ильин Институт Физики Полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия
<b>10.30-11.00</b>	Доклад	<b>КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ САПФИРОВЫХ ПОДЛОЖЕК МЕТОДАМИ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ</b> А.В. Буташин, <b>Ю.О. Волков</b> , А.Н. Дерябин, И.В. Кожевников, Б.С. Рошин Институт Кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.00</b>	Доклад	<b>АНАЛИЗ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ ZnGeP<sub>2</sub> ПРЯМЫМИ ФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ</b> <b>А.О. Окунев</b> <sup>1</sup> , Г.А. Верозубова <sup>2</sup> , В.А. Стащенко <sup>1</sup> <sup>1</sup> Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия <sup>2</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт мониторинга климатических и экологических систем Сибирского отделения РАН, г. Томск, Россия
<b>12.00-12.30</b>	Доклад	<b>ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ МНОГОСЛОЙНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР III-N NA КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖКАХ</b> <b>А.В. Мясоедов</b> , А.В. Сахаров, А.Е. Николаев, В.В. Лундин, А.Е. Калмыков, Л.М. Сорокин ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия
<b>12.30-13.00</b>	Доклад	<b>ЦИФРОВАЯ ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА КАЧЕСТВА ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОЙ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ ПРИРОДЫ</b> В.А. Ткаль, А.В. Шараева, <b>И.А. Жуковская</b> , Н.Н. Водолазова

		<i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: Я.Л. Шабельникова  
Е.Б. Якимов**

<b>Время</b>	<b>Статус</b>	<b>Название и докладчики</b>
<b>14.30-15.00</b>	Доклад	<b>ЦИФРОВАЯ ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА КАЧЕСТВА ВОДЫ, ИСПОЛЬЗУЕМОЙ В РАЗЛИЧНЫХ ПРОИЗВОДСТВАХ</b> В.А. Ткаль, <u>А.В. Шараева</u> , И.А. Жуковская, Н.Н. Водолазова <i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>15.00-15.30</b>	Доклад	<b>ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ</b> В.А. Ткаль, А.В. Шараева, <u>И.А. Жуковская</u> <i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>15.30-16.00</b>	Доклад	<b>КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ HDR-ИЗОБРАЖЕНИЙ</b> <u>В.А. Ткаль</u> , А.В. Шараева, И.А. Жуковская <i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	Доклад	<b>СТРУКТУРА ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА, ПОЛУЧЕННЫХ РЕАКТИВНЫМ ВЧ МАГНЕТРОННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ С ИОННОЙ ОБРАБОТКОЙ В ПРОЦЕССЕ КОНДЕНСАЦИИ</b> Р.М. Закирова, П.Н. Крылов, <u>И.А. Суворов</u> , И.В. Федотова <i>Удмуртский государственный университет, Ижевск, Россия</i>
<b>17.00-17.30</b>	Доклад	<b>ИССЛЕДОВАНИЕ ПЕРЕХОДА ОТ 2D К 3D РОСТУ ПРИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ГЕТЕРОЭПИТАКСИИ Si/Ge СТРУКТУР</b> <u>Е.С. Павленко</u> , С.Н. Якунин, В.В. Роддатис, А.Л. Васильев <i>МГУ имени М.В. Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия</i> <i>НИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия</i>
<b>17.30-18.30</b>	Лекция	<b>О ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДЕФЕКТОВ ИЗ ПРОЕКЦИОННЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ТОПОГРАММ</b> <u>Э.В. Суворов</u> , И.А. Смирнова <i>Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия</i>
<b>18.30-19.00</b>	Доклад	<b>ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В ПРИБОРНЫХ СТРУКТУРАХ НА ОСНОВЕ GAAS КОМПЛЕКСОМ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ</b> <u>И.Л. Шульпина</u> , В.А. Козлов, В.В. Ратников, М.П. Щеглов <i>ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия</i>
<b>19.30-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

## ШЕСТОЙ ДЕНЬ

Суббота 24 августа

**Председатель: В.И. Пунегов  
В.Е. Асадчиков**

<b>Время</b>	<b>Статус</b>	<b>Название и докладчики</b>
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-10.00</b>	Доклад	<b>BIOLOGICAL NANO-CRYSTALLOGRAPHY AT XFELs</b>

		<b>О.М. Yefanov</b> , A. Barty, H.N. Chapman <i>Center for Free-Electron Laser Science at DESY, Hamburg, Germany</i>
<b>10.00-10.30</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКИЙ АНАЛИЗ ДИСЛОКАЦИОННЫХ СТРУКТУР В РЕЛАКСИРОВАННЫХ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНКАХ</b> <b>В.М. Каганер</b> <i>Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия</i>
<b>10.30-11.00</b>	Доклад	<b>КОГЕРЕНТНАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ ОПТИКА ОТРАЖАЮЩИХ ОБЪЕКТОВ</b> И.А. Артиков, <b>А.В. Виноградов</b> , Н.Л. Попов, Р.М. Фещенко <i>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия</i>
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.00</b>	Доклад	<b>ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА КРИСТАЛЛЕ С ВОЛНИСТОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ</b> <b>В.И. Пунегов</b> <i>Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия</i>
<b>12.00-12.30</b>	Доклад	<b>СИНХРОТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОТЕИНОВ</b> <b>В.Н. Сивков</b> <sup>1</sup> , С.В. Некипелов <sup>2</sup> , О.В. Петрова <sup>1</sup> , В.В. Волков <sup>3</sup> , В.Ф. Лапук <sup>4</sup> <sup>1</sup> <i>Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия</i> <sup>2</sup> <i>Коми педагогический институт, Сыктывкар, Россия</i> <sup>3</sup> <i>Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия</i> <sup>4</sup> <i>Институт органической химии РАН, Москва, Россия</i>
<b>12.30-13.00</b>	Доклад	<b>СПЕКТРАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ФИЛЬТРОВ</b> <b>А.В. Митрофанов</b> <i>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия</i>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: А.И. Ефанов**  
**Р.Н. Кютт**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>14.30-15.00</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКИЙ АНАЛИЗ ДЕФОРМАЦИЙ В НИТЕВИДНЫХ НАНОКРИСТАЛЛАХ GaN И В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ InGaN/GaN</b> <b>В.М. Каганер</b> <i>Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия</i>
<b>15.00-15.30</b>	Доклад	<b>МНОГОЛИНЗОВЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ ИНТЕРФЕРОМЕТР, ОСНОВАННЫЙ НА ПЛАНАРНОЙ ПРЕЛОМЛЯЮЩЕЙ ОПТИКЕ</b> <b>М. Любомирский</b> <sup>1</sup> , В. Кон <sup>2</sup> , В. Юнкин <sup>3</sup> , С. Кузнецов <sup>3</sup> , И. Снигирёва <sup>1</sup> , А. Снигирёв <sup>1</sup> <sup>1</sup> <i>ESRF, Grenoble, France</i> <sup>2</sup> <i>Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия</i> <sup>3</sup> <i>ИМПТ РАН, г. Черноголовка, Россия</i>
<b>15.30-16.00</b>	Доклад	<b>ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОВОГО САМОВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИФРАКЦИЮ МОЩНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИМПУЛЬСОВ</b> <b>В.А. Бушуев</b> <i>МГУ им. М.В. Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия</i>
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	Доклад	<b>ТОЧНОЕ ПРОЗРАЧНОЕ ГРАНИЧНОЕ УСЛОВИЕ ДЛЯ ТРЕХМЕРНОГО ПАРАБОЛИЧЕСКОГО УРАВНЕНИЯ В ПРЯМОУГОЛЬНОЙ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОЙ ОБЛАСТИ</b> <b>Р.М. Фещенко</b> <i>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия</i>
<b>17.00-17.30</b>	Доклад	<b>IRON FILMS GROWN ON VIRTUAL SUBSTRATES WITH METAMORPHIC INALAS BUFFERS</b> <b>T. Slobodskyy</b> , B. Landgraf, G. Schneider, C. Heyn, W. Hansen <i>Institute for Applied Physics, University of Hamburg, Germany</i>
<b>17.30-18.00</b>	Доклад	<b>ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ ЭФФЕКТЫ ПРИ ДИФРАКЦИОННО-</b>

		<b>ИНДУЦИРОВАННОМ ДЕЛЕНИИ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ В ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛАХ</b> С.Е. Свяховский <sup>1</sup> , А.А. Скорынин <sup>1</sup> , <b>В.А. Бушуев<sup>1</sup></b> , С.В. Чекалин <sup>2</sup> , В.О. Компанец <sup>2</sup> , А.И. Майдыковский <sup>1</sup> , Т.В. Мурзина <sup>1</sup> , В.Б. Новиков <sup>1</sup> , Б.И. Манцызов <sup>1</sup> <sup>1</sup> <i>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия</i> <sup>2</sup> <i>Институт спектроскопии РАН, Москва, Троицк, Россия</i>
<b>18.00-19.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>О ПРИМЕНИМОСТИ КИНЕМАТИЧЕСКОГО ПРИБЛИЖЕНИЯ В РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> <b>А.П. Орешко</b> <i>МГУ имени М.В. Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия</i>
<b>19.30-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

**СЕДЬМОЙ ДЕНЬ****Воскресенье 25 августа****Председатель: И.А. Прохоров  
В.А. Ткаль**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-09.30</b>	<b>Доклад</b>	<b>ОСОБЕННОСТИ ПРЯМОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИИ В ИЗОГНУТОМ КРИСТАЛЛЕ</b> <b>И.А. Смирнова</b> , Э.В. Суворов <i>Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия</i>
<b>09.30-10.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА ТОПОГРАФИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ</b> <b>В.А. Ткаль</b> , А.В. Шараева, И.А. Жуковская <i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>10.00-10.30</b>	<b>Доклад</b>	<b>КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ: ТЕОРИЯ И ЭКСПЕРИМЕНТ</b> <b>В.А. Ткаль</b> , А.В. Шараева, И.А. Жуковская <i>Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета, Великий Новгород, Россия</i>
<b>10.30-11.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>РАССЕЯНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ОТ СТРУКТУР С ВЕРТИКАЛЬНО СОВМЕЩЕННЫМИ ВКЛЮЧЕНИЯМИ</b> <b>В.И. Пунегов</b> <i>Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия</i>
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.30</b>		<b>Дискуссия</b>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: Е.М. Труханов  
В.А. Бушуев**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>14.30-15.00</b>	<b>Доклад</b>	<b>ЧИСЛЕННОЕ РЕШЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ НА КРИСТАЛЛЕ С МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФАЗОСДВИГАЮЩЕЙ РЕШЕТКОЙ</b> <b>С.И. Колосов</b> <i>Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия</i>

<b>15.00-15.30</b>	Доклад	ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ КАРТ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ РАССЕЯНИЯ ВБЛИЗИ УЗЛА ОБРАТНОЙ РЕШЕТКИ С СВЕРХРЕШЕТКИ С ЛАТЕРАЛЬНОЙ МОДУЛЯЦИЕЙ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА <b>Д.В. Казаков</b> Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия
<b>15.30-16.00</b>	Доклад	РЕШЕНИЕ ЗАДАЧИ ДИФРАКЦИИ СИ НА МДР С УЧЕТОМ ФУНКЦИИ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ КОГЕРЕНТНОСТИ <b>А.В. Карпов</b> Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	Доклад	ПЛАСТИЧЕСКАЯ РЕЛАКСАЦИЯ НАПРЯЖЕНИЙ НЕСООТВЕТСТВИЯ ВВЕДЕНИЕМ ДИСЛОКАЦИЙ В ПЛОСКОСТЬ ИНТЕРФЕЙСА (111) <b>М.М. Качанова</b> , Е.М. Труханов, И.Д. Loшкарев Институт Физики Полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, Россия
<b>17.00-17.30</b>	Доклад	РЕГИСТРАЦИЯ УПРУГИХ СМЕЩЕНИЙ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ОСТРОВКОВ Ge на Si (111) <b>А.С. Ильин, Е.М. Труханов</b> , С.А. Тийс, А.К. Гутаковский Институт Физики Полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, Россия
<b>17.30-18.00</b>	Доклад	КОБАЛЬТАТ LNYBACO4O7+X (LN=Y, LU; X=0, 1.4): ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ <b>Н.В. Подберезская</b> , М.Ю. Каменева, Л.П. Козеева, А.И. Смоленцев, А.Н. Лавров Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
<b>18.00-19.00</b>	Доклад	СИНХРОТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ СИЛ ОСЦИЛЛЯТОРОВ В УЛЬТРАМЯГКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА НАНООБРАЗУЮЩИХ И НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛОВ <b>С.В. Некипелов<sup>1</sup></b> , В.Н. Сивков <sup>2</sup> <sup>1</sup> Коми педагогический институт, г. Сыктывкар, Россия <sup>2</sup> Коми научный центр УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия
<b>19.30-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

**ВОСЬМОЙ ДЕНЬ****Понедельник 26 августа****Председатель: А.О. Окунев  
В.Н. Сивков**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>08.00-09.00</b>		<b>Завтрак</b>
<b>09.00-10.00</b>	Доклад	<b>ПО МАТЕРИАЛАМ КАНДИДАТСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ</b> <b>И.А. Жуковская</b> Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного сервиса и экономики, Великий Новгород, Россия
<b>10.00-11.00</b>	Доклад	<b>ПО МАТЕРИАЛАМ КАНДИДАТСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ</b> <b>Ю.О. Волков</b> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Россия
<b>11.00-11.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>11.30-12.30</b>	Доклад	<b>ПО МАТЕРИАЛАМ ДОКТОРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ</b> <b>С.В. Некипелов</b>

		<i>Коми педагогический институт, г. Сыктывкар, Россия</i>
<b>13.00-14.30</b>		<b>Обед</b>

**Председатель: К.М. Подурец  
И.В. Кожевников**

<b>Время</b>	<b>Статус</b>	<b>Название и докладчики</b>
<b>14.30-15.00</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУР НА ОСНОВЕ ОКСИДА МАГНИЯ</b> В.Е. Асадчиков <sup>1</sup> , Ю.О. Волков <sup>1</sup> , И.В. Кожевников <sup>1</sup> , Б. Ландграф <sup>2</sup> , А.Э. Муслимов <sup>1</sup> , <u><b>Б.С. Рошин</b></u> <sup>1</sup> , Т. Слободской <sup>2</sup> <sup>1</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия <sup>2</sup> Гамбургский Университет, Гамбург, Германия
<b>15.00-15.30</b>	Доклад	<b>ТЕОРИЯ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ПРИ СКОЛЬЗЯЩИХ УГЛАХ ПАДЕНИЯ НА СТАТИСТИЧЕСКИ ШЕРОХОВАТЫЕ ФРАКТАЛЬНЫЕ ПОВЕРХНОСТИ</b> И.В. Кожевников, <u><b>Ф.Н. Чуховский</b></u> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
<b>15.30-16.00</b>	Доклад	<b>АНАЛИТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ ЭЛЛИПСОИДАЛЬНЫХ КОНЦЕНТРАТОРОВ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> <u><b>И.В. Якимчук</b></u> , И.В. Кожевников, В.Е. Асадчиков Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
<b>16.00-16.30</b>		<b>Перерыв Coffee-break</b>
<b>16.30-17.00</b>	Доклад	<b>ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА РАЗРЕШЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОТОМОГРАФИИ: ОТ ОПТИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ДО АЛГОРИТМОВ РЕКОНСТРУКЦИИ</b> <u><b>А.В. Бузмаков</b></u> <sup>1</sup> , Д.А. Золотов <sup>1</sup> , И.В. Якимчук <sup>1</sup> , В.Е. Прон <sup>1</sup> , В.Е. Асадчиков <sup>1</sup> , М.В. Чукалина <sup>2</sup> <sup>1</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия <sup>2</sup> Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Россия
<b>17.00-17.30</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКАЯ АБСОРБЦИОННАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ С ЭЛЕМЕНТАМИ ФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ ТОМОГРАФИИ В ИЗУЧЕНИИ СТРОЕНИЯ КОСТНОЙ ТКАНИ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ ИСТОЧНИКОВ</b> <u><b>В.Е. Асадчиков</b></u> <sup>1</sup> , А.В. Бузмаков <sup>1</sup> , В.И. Гуликова <sup>2</sup> , Д.А. Золотов <sup>1</sup> , А.С. Орехов <sup>1</sup> , К.М. Подурец <sup>3</sup> , С.В. Савельев <sup>2</sup> , Р.А. Сенин <sup>3</sup> , А.Ю. Серегин <sup>1</sup> , Е.Ю. Терещенко <sup>1</sup> , М.В. Чукалина <sup>4</sup> <sup>1</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия <sup>2</sup> НИИ Морфологии человека РАМН, Москва, Россия <sup>3</sup> НИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия <sup>4</sup> Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Россия
<b>17.30-18.00</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ ТОМОГРАФИЯ ПРИРОДНЫХ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА</b> <u><b>Д.А. Золотов</b></u> , А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
<b>18.00-19.00</b>	Доклад	<b>РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННАЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ БИОКРИСТАЛЛОВ, ВЫРАЩЕННЫХ В УСЛОВИЯХ УПРАВЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРОЙ</b> И.Ж. Безбах НИЦ «Космическое материаловедение» ИК РАН, Калуга, Россия
<b>19.30-20.30</b>		<b>Ужин</b>
<b>20.30-21.30</b>		<b>Круглый стол по актуальным научным проблемам</b>
<b>21.30-23.00</b>		<b>Культурная программа</b>

## ДЕВЯТЫЙ ДЕНЬ

Вторник 27 августа

Председатель: А.В. Виноградов

Время	Статус	Название и докладчики
08.00-09.00		Завтрак
09.00-09.30	Доклад	<b>ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В УГЛЕСИТАЛЛЕ</b> <b>В.Н. Кукин</b> <i>Национальный исследовательский университет «МИЭТ», Зеленоград, Россия</i>
09.30-10.00	Доклад	<b>ЭФФЕКТ БОРМАНА В РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ</b> <b>А.П. Орешко</b> <i>МГУ имени М.В. Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия</i>
10.00-10.30	Доклад	<b>СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ НРНТ КРИСТАЛЛОВ И СВД ПЛЁНОК АЛМАЗА</b> <b>И.А. Прохоров<sup>1</sup></b> , В.Г. Ральченко <sup>2</sup> , А.П. Большаков <sup>2</sup> , А.В. Польский <sup>2</sup> , Т.С. Аргунова <sup>3</sup> , К.М. Подурец <sup>4</sup> , И.А. Субботин <sup>4</sup> <sup>1</sup> Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук НИЦ “Космическое материаловедение”, Калуга, Россия <sup>2</sup> ФГБУН Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия <sup>3</sup> ФГБУН Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия <sup>4</sup> Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия
11.00-11.30		Перерыв <i>Coffee-break</i>
11.30-12.00	Доклад	<b>СИНХРОТРОННО-НЕЙТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ И ПАЛЕОНТОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ</b> Е.С. Коваленко <sup>1</sup> , А.А. Калоян <sup>1</sup> , А.В. Пахневич <sup>2</sup> , <b>К.М. Подурец<sup>1</sup></b> , В.А. Соменков <sup>1</sup> <sup>1</sup> Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия <sup>2</sup> Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН, Москва, Россия
12.00-13.00	Доклад	<b>ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА МАССИВЕ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК ЗАДАННОЙ ФОРМЫ</b> <b>Д.В. Сивков</b> <i>Коми научный центр УрО РАН, г. Сыктывкар, Россия</i>
13.00-14.30		Обед
14.30-15.00	Доклад	<b>РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ СИЛЬНО ЛЕГИРОВАННЫХ КРЕМНИЕМ СЛОЕВ Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N</b> <b>В.В. Ратников<sup>1</sup></b> , Р.Н. Кютт <sup>1</sup> , М.П. Щеглов <sup>1</sup> , Б.Я. Бер <sup>1</sup> , К.С. Журавлев <sup>2</sup> <sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия <sup>2</sup> Институт физики полупроводников им А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия
15.00-15.30	Доклад	<b>РЕНТГЕНО-РЕФЛЕКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК, ЛЕГИРОВАННЫХ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧНЫМИ ИОНАМИ He<sup>+</sup></b> <b>А.А. Ломов<sup>1</sup></b> , А.В. Мяконьких <sup>1</sup> , К.В. Руденко <sup>1</sup> , Н.А. Карягин <sup>1</sup> , Ю.М. Чесноков <sup>2</sup> , А.Л. Васильев <sup>2</sup> <sup>1</sup> Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия <sup>2</sup> Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Россия
15.30-16.00	Доклад	<b>СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В La<sub>0.95</sub>Ba<sub>0.05</sub>Mn<sub>0.98</sub><sup>57</sup>Fe<sub>0.02</sub>O<sub>3</sub> ПРИ ТЕРМООБРАБОТКЕ</b> <b>В.Д. Седых<sup>1</sup></b> , В.С. Русаков <sup>2</sup> , В.В. Кведер <sup>1</sup> , Г.Е. Абросимова <sup>1</sup> , В.И. Кулаков <sup>1</sup>

		<sup>1</sup> Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия
--	--	---

		<sup>2</sup> Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
--	--	---

**Председатель: В.А. Бушуев**

Время	Статус	Название и докладчики
<b>16.00-16.30</b>		<b>ПОДВЕДЕНИЕ ИТОГОВ РАБОТЫ ШКОЛЫ-СЕМИНАРА И СЕМИНАРА. ПРИНЯТИЕ РЕШЕНИЙ</b>
<b>16.30-17.00</b>		<b>Перерыв <i>Coffee-break</i></b>
<b>17.00-18.00</b>		<b>ПОДГОТОВКА К ОТЪЕЗДУ</b>
<b>18.00-20.00</b>		<b>ОТЪЕЗД</b>

**Доклады  
4-ой международной молодежной  
научной школы-семинара**

# ИЗУЧЕНИЕ ЗАПРЕЩЕННЫХ ОТРАЖЕНИЙ В КРИСТАЛЛЕ RDP С ПОМОЩЬЮ РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

К.А.Акимова<sup>1)</sup>, Е.Н.Овчинникова<sup>1)</sup>, В.Е.Дмитриенко<sup>2)</sup>,  
Э.Х.Мухамеджанов<sup>3)</sup>, D.V.Novikov<sup>4)</sup>, C.Richter<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup>Физический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва, Россия

<sup>2)</sup>Институт кристаллографии РАН им. А.В.Шубникова, Москва, Россия

<sup>3)</sup>Курчатовский НБИК центр, Москва, Россия

<sup>4)</sup>Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, Germany

e-mail: ksenia.akimova@gmail.com

В работе исследована температурная зависимость запрещенных отражений 006 и 550, которые возникают при резонансной дифракции синхротронного излучения в кристаллах  $\text{RbH}_2\text{PO}_4$  (RDP), когда энергия падающего излучения близка к К-краю рубидия. На синхротроне DESY были измерены энергетические спектры указанных отражений в широком интервале температур, а также спектр EXAFS. Экспериментальные исследования, показали резкий скачок интенсивности отражения 006 при температуре 147 К, соответствующей фазовому переходу из пара- в сегнетоэлектрическую фазу. В параэлектрической фазе интегральная интенсивность обоих рефлексов не падает в соответствии с фактором Дебая-Валлера, а растет (рис. 1). Для отражения 550 температурная зависимость более резко выражена, чем для отражения 006.

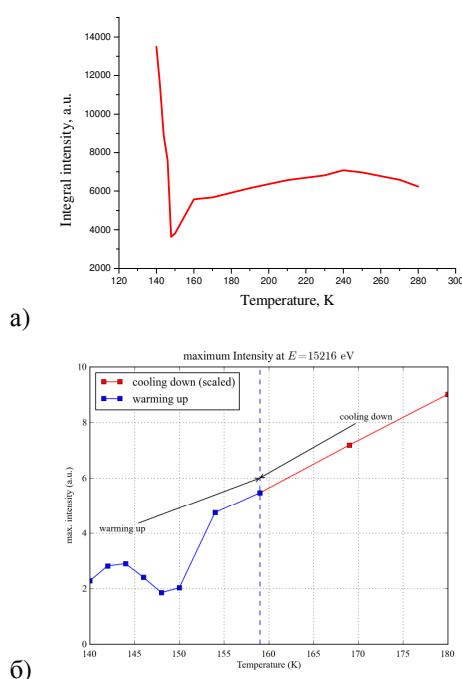


Рис.1. Экспериментальная температурная зависимость интегральной интенсивности рефлексов 006 (а) и 550 (б).

В данной работе проводится математическое моделирование энергетических спектров запрещенных отражений при различных температурах с целью объяснения наблюдаемых экспериментальных данных. Показано, что оба отражения являются результатом интерференции трех резонансных вкладов в атомный фактор: диполь-квадрупольного, термоиндукционного, а также вклада, обусловленного мгновенными конфигурациями протонов.

Феноменологическое рассмотрение всех трех вкладов в структурную амплитуду запрещенных отражений было проведено в работе [1].

В параэлектрической фазе ( $T > 147$  К) кристаллы RDP являются тетрагональными, имеют группу симметрии  $I\bar{4}2d$ . В этой фазе запрещены отражения типов  $hh\bar{l}$ ,  $2h+l=4n+2$ , в частности, рефлексы 006 и 550. Структурный фактор таких отражений вблизи края поглощения равен:

$$F_{jk}(hkl) = 2(f_{jk}^1 - f_{jk}^2)$$

где  $f_{jk}^1$  и  $f_{jk}^2$  – тензорные факторы атомов рубидия с координатами  $(0\ 0\ 1/2)$  и  $(1/2\ 0\ 1/4)$ , связанных между собой осью  $2_y$ .

В диполь-дипольном приближении тензорные атомные факторы рубидия одинаковы, а структурный фактор равен нулю, т.е. погасания не снимаются. «Запрещенные» отражения могут возникнуть за счет диполь-квадрупольного резонансного рассеяния рентгеновского излучения, термоиндукционного эффекта и вклада от флуктуаций положений водорода. При  $T < 147$  К кристаллы RDP становятся орторомбическими с пространственной группой симметрии  $Fdd2$ . В сегнетоэлектрической фазе рассматриваемые рефлексы разрешены в диполь-дипольном приближении, что объясняет скачок интенсивности отражения 006 при фазовом переходе, который наблюдался в эксперименте (см. рис.1).

Диполь-квадрупольный вклад в запрещенные рефлексы имеет вид:

$$F^{dq}(H) = 2ie^{-M} \begin{pmatrix} f_{xxz}H_z & 0 & f_{zxz}^s H_x + f_{zxz}^a l_x \\ 0 & -f_{xxz}H_z & -f_{zxz}^s H_y - f_{zxz}^a l_y \\ f_{zxz}^s H_x - f_{zxz}^a l_x & -f_{zxz}^s H_y + f_{zxz}^a l_y & 0 \end{pmatrix}$$

где  $f_{zxz}^s$  и  $f_{zxz}^a$  - феноменологические коэффициенты, отвечающие симметричной и антисимметричной частям тензорной компоненты  $f_{zxz}$ ,  $\mathbf{l}=\mathbf{k}+\mathbf{k}'$ ,  $\mathbf{H}=\mathbf{k}-\mathbf{k}'$ . Компоненты xxz и zxz диполь-квадрупольного вклада для рефлексов 006 и 550 были рассчитаны с помощью программы FDMNES [2] и представлены на рис. 2.

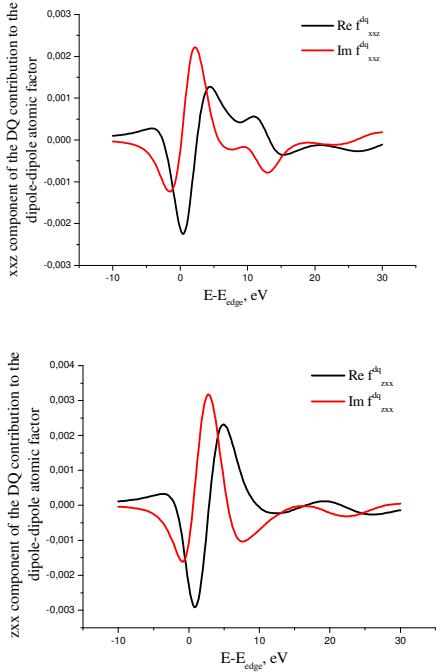


Рис. 2. Компоненты xxz и zxx диполь-квадрупольного вклада в резонансную часть атомного фактора, рассчитанные по программе FDMNES.

Термоиндуцированный вклад в структурный фактор запрещенных рефлексов в высокотемпературной фазе имеет вид:

$$F^{TMI}(H) = 8\pi e^{-M} \begin{pmatrix} \frac{\partial f_{xx}^{dd}}{\partial z} H_z \bar{u}_z^2 & 0 & \frac{\partial f_{xz}^{dd}}{\partial x} H_x \bar{u}_x^2 \\ 0 & -\frac{\partial f_{xx}^{dd}}{\partial z} H_z \bar{u}_z^2 - \frac{\partial f_{xz}^{dd}}{\partial x} H_x \bar{u}_x^2 & \\ \frac{\partial f_{xz}^{dd}}{\partial x} H_x \bar{u}_x^2 - \frac{\partial f_{zx}^{dd}}{\partial x} H_x \bar{u}_x^2 & 0 \end{pmatrix}$$

где  $\frac{\partial f_{ij}^{dd}}{\partial u_k}$  - производная от диполь-дипольного

атомного фактора по смещениям  $\bar{u}_k^2$ . В данной модели учитываются только смещения атома Rb. Рассчитанные компоненты xxz и zxz термоиндуцированного вклада для рефлексов 006 и 550 представлены на рис. 3.

Вклад, обусловленный квантовыми скачками, возникает из-за того, что в каждый момент симметрия конфигураций, которые образуют атомы водорода, ниже симметрии кристалла в целом. Учитывая, что в результате

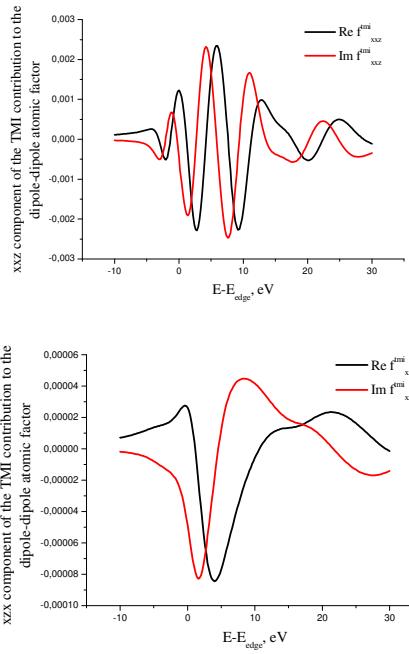


Рис. 3. Компоненты xxz и zxz термоиндуцированного вклада в резонансную часть атомного фактора, рассчитанные по программе FDMNES.

этого остальные атомы могут быть слегка смещены относительно средних положений, может возникнуть дополнительный вклад в резонансный атомный фактор рубидия:

$$F_{jk}^{jump}(H) = 8\pi \Sigma_s e^{-M} \Delta f_{jk}^{dd,s} u_l^s H_l \exp(iHr_0^s)$$

где  $\Delta f_{jk}^{dd,s}$  - поправка диполь-дипольного атомного фактора, соответствующая мгновенным конфигурациям протонов,  $u_l^s$  - смещения Rb для каждой конфигурации протонов.

Поскольку позиция водорода заполнена только наполовину, наиболее вероятно, что вблизи группы  $\text{PO}_4$  находится два атома водорода. Эти атомы могут быть расположены так, что создают дипольный момент вдоль оси с кристалла (полярная конфигурация) или ее не создают (конфигурация Слэтера). В работе [3] с помощью подхода *ab initio* было показано, что наименьшая энергия соответствует полярной конфигурации.

Нами были вычислены структурные факторы запрещенных отражений, которые, соответствуют полярным конфигурациям (p1, p2), конфигурация Слэтера (s1, s2) и Такаги (t1, t2). Феноменологический подход показывает, что без учета релаксации решетки в том случае, если конфигурации равновероятны, диполь-дипольный вклад в запрещенные отражения должен обратиться в нуль. Однако, если учесть релаксацию решетки, то двум конфигурациям водорода, например, p1, p2, соответствуют разные тензорные коэффициенты и, как следствие, разные вклады в резонансный атомный фактор рубидия, что является одной из

причин появления запрещенных отражений. С помощью программы VASP были вычислены мгновенные положения атомов, соответствующие конфигурациям протонов p1, p2, s1, s2, t1, t2. Далее с помощью программы FDMNES рассчитаны энергетические зависимости диполь-дипольных вкладов в резонансный атомный фактор рубидия, соответствующие конфигурациям протонов p1, p2, s1, s2, t1, t2 с учетом релаксации решетки (для рефлекса 006 см. рис. 4). Видно, что в этом случае диполь-дипольные вклады, соответствующие двум конфигурациям протонов, неэквивалентны, и могут служить причиной появления запрещенных отражений.

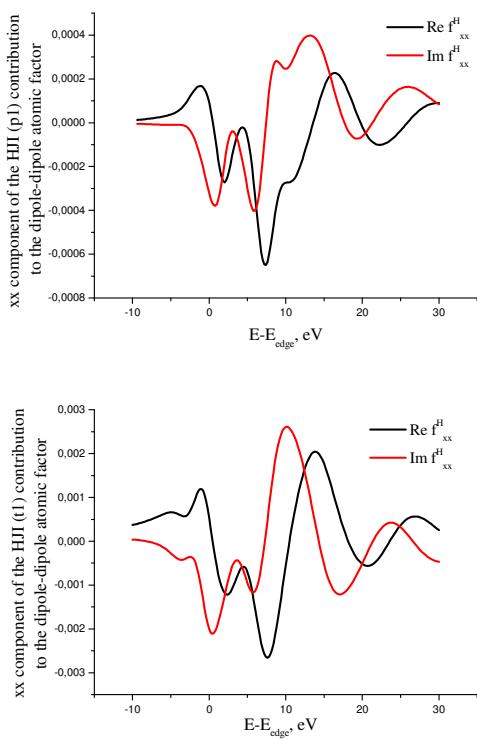


Рис. 4. Рассчитанные энергетические зависимости диполь-дипольных вкладов в резонансный атомный фактор рубидия, соответствующие конфигурациям протонов p1, t1 с учетом релаксации решетки (рефлекс 006).

Аналогичным образом рассчитаны энергетические зависимости диполь-дипольных вкладов в резонансный атомный фактор рубидия, соответствующие конфигурациям протонов s1, s2, t1, t2 с учетом релаксации решетки для рефлекса 550. Вклады, соответствующие конфигурациям p1 и p2, в данном случае отсутствуют.

Проведено сравнение теоретического и экспериментального спектров XANES (рис. 5.).

Учет всех трех вкладов в резонансное рассеяние синхротронного излучения позволяет описать наблюдаемое поведение интегральной интенсивности запрещенных отражений в RDP с температурой, поскольку два из них

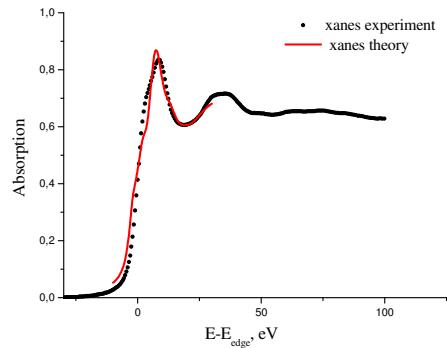


Рис. 5. Ближняя тонкая структура края поглощения – XANES.

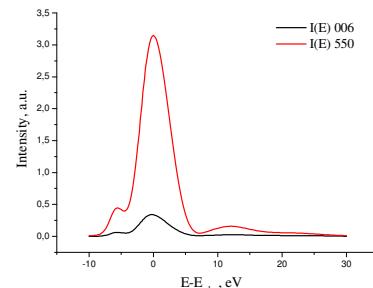


Рис. 6. Теоретическая зависимость интенсивности от энергии для рефлексов 006 и 550 с учетом трех вкладов.

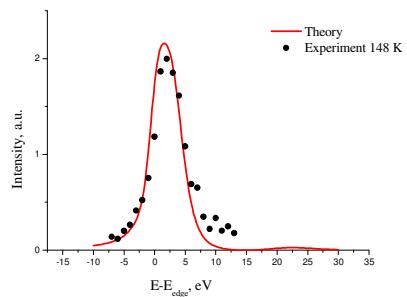


Рис. 7. Теоретическая и экспериментальная зависимости интенсивности от энергии для рефлекса 550 с учетом трех вкладов.

(термоиндуцированный и вклад от разных конфигураций водорода) растут с температурой.

Работа поддержана грантом РФФИ № 10-02-00768. Вычисления проводились на суперкомпьютере СКИФ МГУ.

[1] Э.Х. Мухамеджанов, М.В. Ковалчук, М.М. Борисов, Е.Н. Овчинникова, Е.В. Трошков, В.Е. Дмитриенко. Кристаллография, 2010, том 55, № 2, с. 187–196.

[2] <http://www-cristallo.grenoble.cnrs.fr/simulation>

[3] J.Lasave, S.Koval, N.S.Datal and R.L.Migoni  
Phys. Rev. B72, 104104, 2005.

## Теория рентгеновской магнитной рефлектометрии: сравнение динамики и кинематики

М.А. Андреева,<sup>1</sup> Ю.Л. Репченко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физфак МГУ имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия

<sup>2</sup> Воронежский Государственный Университет, Воронеж, Россия

e-mail: [Mandreeva1@yandex.ru](mailto:Mandreeva1@yandex.ru)

Магнитная рентгеновская рефлектометрия (XRMR - X-ray resonant magnetic reflectivity) является уникальным методом исследования магнитных структур, благодаря элементно-пространственной селективности. Наличие магнитного рассеяния вблизи краёв поглощения существенно усложняет теорию, так как рентгеновская восприимчивость среды при наличии такого рассеяния становится в общем случае тензором. Теория рентгеновского отражения от анизотропных (магнитных) мультислоев развита в работе С.А. Степанова с соавторами [1] на базе формализма собственных волн и в работах М.А. Андреевой и А.Г. Смеховой [2,3] с использованием метода матриц распространения. Применение этих алгоритмов для интерпретации реальных экспериментальных данных достаточно времязатратно, что делает актуальным упрощение расчетов. Такие попытки были предприняты, например, в работах [4-6]. В работе [7] была использована необычная смесь динамического (для изотропной части рассеяния) и кинематического (для магнитной части рассеяния) приближения.

Кинематический предел известного алгоритма Паррата в теории рентгеновской рефлектометрии рассмотрен в работах [8-9]. Для получения кинематической формулы 1) пренебрегают многократным отражением в каждом слое (то есть отбрасывают знаменатель в формуле Паррата), 2) используют приближенное выражение для квадратного корня:

$$\eta_j = \sqrt{\sin^2 \theta + \chi_j} \approx \sin \theta + \frac{\chi_j}{2 \sin \theta}, \quad (1)$$

определенную нормальные компоненты волновых векторов в каждом слое (слой  $\theta$  - угол скольжения,  $\chi_j$  восприимчивость  $j$ -го слоя) и, соответственно, 3) упрощают формулу Френеля:

$$r_{j-1,j} \approx \frac{(\chi_{j-1} - \chi_j)}{4 \sin^2 \theta}. \quad (2)$$

В результате амплитудный коэффициент отражения от многослойной структуры  $R$  представляется как сумма градиентов восприимчивости на границах раздела слоев с соответствующим фазовым сдвигом:

$$R = \frac{1}{4 \sin^2 \theta} \sum_{j=1}^L (\chi_{j-1} - \chi_j) e^{i(Qz_{j-1} + \frac{\kappa}{\sin \theta} \sum_{k=1}^{j-1} \chi_{0k} d_k)} \quad (3)$$

В (3)  $Q = 2\kappa \sin \theta$  - вектор рассеяния,  $\kappa = \omega/c$ ,  $z_{j-1}$  - глубина границы раздела  $j-1$  и  $j$  слоев,  $d_k$  - толщины слоев. Отметим, что, как показывают непосредственные расчеты, пренебрегать  $\chi_k$  в показателе экспоненты нельзя, однако, слабые магнитные добавками к  $\chi_k$  в показателе экспоненты можно в отдельных случаях не учитывать. Это обстоятельство важно при рассмотрении анизотропного случая.

В случае анизотропных слоев рекуррентные соотношения для вычисления 2x2-матричного коэффициента отражения для тангенциальных компонент магнитного поля излучения  $\hat{P}_{j-1,j}$  выглядят следующим образом [10]:

$$\begin{aligned} \hat{P}_{j-1,j} &= \hat{p}_{j-1,j} + \\ &+ \hat{\tau}'_{j-1,j} (\hat{p}'_{j-1,j})^{-1} \hat{W}_j [(1 - \hat{W}_j)^{-1}] \hat{\tau}_{j-1,j} \end{aligned} \quad (4)$$

где  $\hat{p}_{j-1,j}$  и  $\hat{\tau}_{j-1,j}$  - матричные амплитудные коэффициенты однократного отражения и пропускания на границе  $j-1$  и  $j$  слоев для тангенциальных компонент магнитного поля излучения, штрихи соответствуют отражению и пропусканию в обратную сторону,

$$\hat{W}_j = \hat{p}'_{j-1,j} e^{-ikd_j \hat{N}_j^-} \hat{p}_{j,j+1} e^{ikd_j \hat{N}_j^+}, \quad (5)$$

$$\hat{p}_{j-1,j} = (\hat{\gamma}_j^+ - \hat{\gamma}_{j-1}^-)^{-1} (\hat{\gamma}_{j-1}^+ - \hat{\gamma}_j^+) \quad (6)$$

значки  $+$  и  $-$  относятся здесь к проходящим и отраженным волнам, 2x2-матрицы  $\hat{\gamma}$  и  $\hat{N}$  представляют планарные тензоры поверхностного импеданса и нормальной рефракции [11].

Следуя процедуре перехода от динамического подхода к кинематическому пределу, то есть пренебрегая многократным отражением, приводим (4) к выражению:

$$\begin{aligned} \hat{P} &\approx \sum_{j=1}^L e^{-ikd_1 \hat{N}_1^-} \dots e^{-ikd_{j-1} \hat{N}_{j-1}^-} \times \\ &\times \hat{p}_{j-1,j} e^{+ikd_{j-1} \hat{N}_{j-1}^+} \dots e^{+ikd_1 \hat{N}_1^+}. \end{aligned} \quad (7)$$

Для вычисления матричного коэффициента отражения от границы раздела  $j-1$  и  $j$  слоев  $\hat{P}_{j-1,j}$

(для тангенциальных компонент магнитного поля излучения) в кинематическом приближении надо упростить (6). Выражения для нахождения  $\hat{\gamma}$  и  $\hat{N}$  дано в [11]:

$$\begin{aligned}\hat{\gamma}^{\pm} &= [(\eta_1^{\pm} + \eta_2^{\pm})\hat{B} - \hat{A}\hat{B} - \hat{B}\hat{D}]^{-1} \\ &\times [\hat{B}\hat{C} + (\hat{A} - \eta_1^{\pm}\hat{I})(\hat{A} - \eta_2^{\pm}\hat{I})], \\ \hat{N}^{\pm} &= \hat{A} + \hat{B}\hat{\gamma}^{\pm}\end{aligned}\quad (8)$$

где  $\hat{A}, \hat{B}, \hat{D}$  - 2x2-блоки матрицы распространения для тангенциальных компонент электрического и магнитного поля излучения,  $\hat{I}$  - единичная матрица.

Для случая, когда намагниченность в плоскости поверхности, тензор диэлектрической проницаемости имеет вид (6):

$$\hat{\varepsilon} = \begin{pmatrix} 1+\chi_0 & 0 & i\Delta\chi_m \sin\psi \\ 0 & 1+\chi_0 & -i\Delta\chi_m \cos\psi \\ -i\Delta\chi_m \sin\psi & i\Delta\chi_m \cos\psi & 1+\chi_0 \end{pmatrix}, \quad (10)$$

где  $\Delta\chi_m$  - добавка к восприимчивости среды, отвечающая за круговой дихроизм (существенная вблизи краев поглощения), угол  $\psi$  определяет азимут намагниченности:  $\psi = 0^\circ$ , если вектор намагниченности  $M$  перпендикулярен плоскости рассеяния. Используемая система координат приведена на Рис. 1.

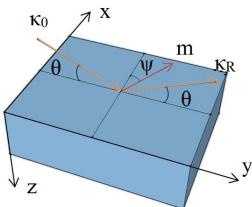


Рис. 1. Геометрия эксперимента.

Для этого случая матрица распространения получена в виде (6):

$$\hat{M}(z) = \begin{pmatrix} \hat{A} & \hat{B} \\ \hat{C} & \hat{D} \end{pmatrix} \approx \begin{pmatrix} a & 0 & 1+\chi_0 & 0 \\ b & 0 & 0 & \eta_0^2 \\ \frac{\eta_0^2}{1+\chi_0} & 0 & -a & -b \\ 0 & 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad (11)$$

где  $a = i\Delta\chi_m \cos\theta \cos\psi$ ,  $b = i\Delta\chi_m \cos\theta \sin\psi$ ,  $\eta_0^2 = \sin^2\theta + \chi_0$ . Для нахождения собственных волновых векторов  $k_j = \kappa(b + \eta_j q)$  ( $q$  - единичный вектор нормали,  $b$  - тангенциальная проекция в единицах  $\omega/c$ ) имеем биквадратное уравнение, из которого получаем:

$$\eta_{1,2}^{\pm} \cong \pm \sqrt{\eta_0^2 \pm \Delta\chi_m \cos\theta \sin\psi}. \quad (12)$$

Таким образом, можно привести тензоры  $\hat{\gamma}^{\pm}$  и  $\hat{N}^{\pm}$  к виду:

$$\begin{aligned}\hat{\gamma}^{\pm} &\cong \frac{1}{\det} \begin{pmatrix} 4\eta_0^2 \tilde{\eta}^2 (\pm\tilde{\eta} - a) & 2b\tilde{\eta}^2 \\ 2b\tilde{\eta}^2 & \pm 4(1+\chi_0)\tilde{\eta}^3 \end{pmatrix} \\ N^{\pm} &\cong \begin{pmatrix} \tilde{\eta}^{\pm} & -b/(2\eta_0^2) \\ b/2 & \tilde{\eta}^{\pm} \end{pmatrix}\end{aligned}\quad (14)$$

где

$$\tilde{\eta}^{\pm} = \frac{(\eta_1^{\pm} + \eta_2^{\pm})}{2} \approx \pm\eta_0, \det \cong 4(1+\chi_0)\eta_0^2\tilde{\eta}^2. \quad (15)$$

Используя обычные для кинематического предела приближенные выражения для квадратных корней, приходим к выражению [12]:

$$\begin{aligned}\hat{p}_{j-1,j} &\cong \frac{1}{4\sin^2\theta} \\ &\left( (\chi_0 j - \chi_0 j) \cos 2\theta - 2(a_{j-1} - a_j) \sin \theta \quad \frac{b_j - b_{j-1}}{\sin \theta} \right. \\ &\left. (b_j - b_{j-1}) \sin \theta \quad \chi_0 j - \chi_0 j-1 \right)\end{aligned}\quad (16)$$

Переход от матричных коэффициентов отражения для тангенциальных компонент магнитного поля излучения к стандартным  $\pi$  и  $\sigma$  поляризациям осуществляется достаточно просто:

$$\hat{r} = \begin{pmatrix} r_{\sigma\sigma} & r_{\sigma\pi} \\ r_{\pi\sigma} & r_{\pi\pi} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -p_{22} & p_{21}/\sin\theta \\ -p_{12}\sin\theta & p_{11} \end{pmatrix},$$

$$\hat{n}^{\pm} = \begin{pmatrix} n_{\sigma\sigma} & n_{\sigma\pi} \\ n_{\pi\sigma} & n_{\pi\pi} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} N_{22}^{\pm} & \mp N_{21}^{\pm}/\sin\theta \\ \mp N_{12}^{\pm}\sin\theta & N_{11}^{\pm} \end{pmatrix}. \quad (17)$$

И можно проверить, что получившиеся выражения для  $\hat{r}$  и  $\hat{n}^{\pm}$  совпадают с матричным представлением амплитуды рассеяния, получаемой как свертка тензора восприимчивости среды, с векторами поляризации падающего и рассеянного квантов. Легко обобщить полученный результат на общий случай. Кинематическая формула в ортах  $\pi$  и  $\sigma$  поляризаций имеет вид аналогичный (7):

$$\begin{aligned}\hat{R} \approx \sum_{j=1}^L e^{-ik d_1 \hat{n}_1^-} \dots e^{-ik d_{j-1} \hat{n}_{j-1}^-} \times \\ \times \hat{r}_{j-1,j} e^{+ik d_{j-1} \hat{n}_{j-1}^+} \dots e^{+ik d_1 \hat{n}_1^+}.\end{aligned}\quad (18)$$

Рассмотрев общий вид тензора восприимчивости, можно получить простые выражения для матричных коэффициентов однократного отражения  $\hat{r}_{j-1,j}$  в ортах  $\pi$  и  $\sigma$  поляризаций на границе раздела  $(j-1)/j$  слоев

$$\hat{r}_{j-1,j} = \frac{1}{4\sin^2\theta} (\hat{\chi}_{j-1}^{\perp sc} - \hat{\chi}_j^{\perp sc}), \quad (19)$$

и соответствующие матричные показатели преломления для проходящей и рассеянной волн в каждом  $j$ -ом слое:

$$\hat{n}_j^{\pm} = \pm \sin \theta \pm \frac{\hat{\chi}_j^{\perp\pm}}{2 \sin \theta}, \quad (20)$$

где (индекс  $j$  мы далее в (21) опускаем):

$$\hat{\chi}^{\perp sc} = \begin{pmatrix} \chi_{xx} \\ -\chi_{yx} \sin \theta - \chi_{zx} \cos \theta \\ \chi_{xy} \sin \theta - \chi_{xz} \cos \theta \\ \chi_{zz} \cos^2 \theta - \chi_{yy} \sin^2 \theta + \cos \theta \sin \theta (\chi_{yz} - \chi_{zy}) \end{pmatrix},$$

$$\hat{\chi}^{\perp\pm} = \begin{pmatrix} \chi_{xx} \\ \pm \chi_{yx} \sin \theta - \chi_{zx} \cos \theta \\ \pm \chi_{xy} \sin \theta - \chi_{xz} \cos \theta \\ \chi_{zz} \cos^2 \theta + \chi_{yy} \sin^2 \theta \mp \cos \theta \sin \theta (\chi_{yz} + \chi_{zy}) \end{pmatrix}. \quad (21)$$

Тестовый расчет коэффициента отражения и его асимметрии по знаку круговой поляризации мы провели для случая спирального межслойного магнитного упорядочения в плоскости образца в многослойном образце Nb(4 нм)/[Dy(5 нм)/Lu(3 нм)]<sub>600</sub>/Y(70 нм)/сапфир, на излучении вблизи  $L_3$ -края поглощения диспрозия ( $E_{ph}=7790$  еВ).

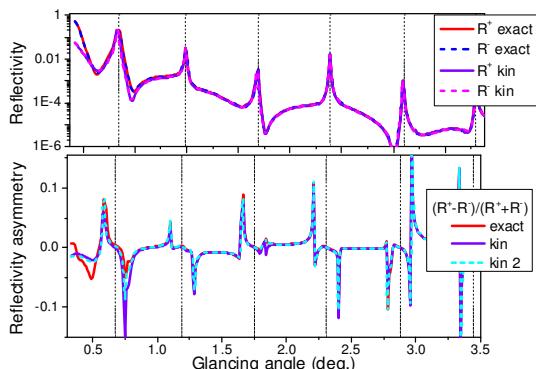


Рис. 2. Рассчитанные коэффициенты отражения для излучения правой и левой круговой поляризации  $R^+$  и  $R^-$  (верхний график), а также асимметрия отражения по знаку круговой поляризации  $(R^+ - R^-)/(R^+ + R^-)$  (нижний график).  $\lambda = 0.159$  нм.

Восприимчивости слоев Lu, Nb, Y и сапфира были взяты из таблиц [13-14], а для резонансного магнитного слоя Dy использовались данные из работы [15] после соответствующей нормировки и преобразования Крамерса Кронинга.

Расчет проводился по точной теории и для двух кинематических случаев: когда в формуле (18) пренебрегаем магнитной поправкой на преломление и матричные экспоненциалы упрощаются до простых экспонент (на рис.2 результат обозначен "kin"), и по полной кинематической формуле (18) ("kin 2").

На кривых асимметрии отражения (рис.2) хорошо проявляются «магнитные» сателлиты на расстоянии  $\pm \Delta\theta \approx (\theta_B^2 - \theta_B^1)/6 = \lambda/12D$  от структурных максимумов, поскольку магнитный период в нашей спиральной структуре равен 6 химическим периодам D. Тонкие вертикальные линии отмечают положение брэгговских максимумов разного порядка.

Особенности кривых асимметрии в окрестности  $\theta \approx 17^\circ$  показывают, что простейшее кинематическое приближение, существенно ускоряющее счет, не всегда дает правильный результат. Расчет по полной кинематической формуле (7) дает приемлемый результат для углов больших критического угла.

В заключение отметим, что использование кинематического алгоритма существенно упрощает счет и облегчает подгонку экспериментальных данных.

Работа поддержана РФФИ №12-02-00924-а.

- [1] Stepanov, S. A., Sinha, S. A., Phys. Rev. B, **61**, 15302 (2000).
- [2] Andreeva, M. A., Smekhova, A. G., Applied Surface Science, **252**, 5619 (2006)..
- [3] Андреева, М. А., Сmekhova, А. Г., Изв. РАН, сер. физическая, **72**, №.5, 693 (2008).
- [4] Ishimatsu, N., Hashizume, H., Hamada, S., et al., Phys. Rev. B, **60**, 9596 (1999).
- [5] Kravtsov, E., Haskel, D., Velthuis, T., et al., Phys. Rev. B, **79**, 134438 (2009).
- [6] Одинцова, Е. Е., Андреева, М. А., Поверхность: рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № **11**, 46 (2010).
- [7] Ott, H., Schubert-Langeheine, C., et al., Appl. Phys. Lett., **88**, 212507 (2006).
- [8] Hamley, I. W., Pedersen, J. S., J Appl. Cryst. **27**, 29 (1994).
- [9] Andreeva, M. A., Lindgren, B., Phys. Rev. B, **72**, 125422 (2005).
- [10] Сmekhova, А. Г. // «Развитие метода резонансного рентгеновского отражения вблизи  $L_{2,3}$  краев поглощения для исследования магнитных мультислоев.», канд. дисс., физфак МГУ, 2006.
- [11] Барковский, Л. М., Борзов, Г. Н., Лаврукович, В. И., Журнал прикладной спектроскопии, **25**, 526 (1976).
- [12] Андреева, М. А., Репченко, Ю. Л., Кристаллография, (2013) в печати.
- [13] Henke, B. L., Gullikson, E. M. & Davis, J. C. Atomic Data and Nuclear Data Tables **54** (No.2), 181 (1993).
- [14] [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/getdb2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html)
- [15] Sorg, C. // «Magnetic Properties of 3d and 4f Ferromagnets Studied by X-Ray Absorption Spectroscopy» (2005). ([http://users.physik.fu-berlin.de/~bab/start\\_frame2/diss/CSdiss.pdf](http://users.physik.fu-berlin.de/~bab/start_frame2/diss/CSdiss.pdf)).

## Определение наличия высокомолекулярной примеси в растворах лизоцима.

С.С. Баскакова<sup>1</sup>, М.С. Лясникова<sup>1</sup>, А.Э. Волошин<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,

119333, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский проспект, д.59

e-mail: labsol@crys.ras.ru

Знания о структуре биологических макромолекул играют большую роль в области фармацевтики, биотехнологии и химической индустрии. Это многообещающее орудие в области белковой инженерии, в создании новых лекарств и других направлениях биологических исследований [1]. Для расшифровки детальной структуры активных центров с помощью рентгеноструктурного анализа необходимы крупные кристаллы (2 мм и более) с высоким пространственным разрешением (порядка 2 Å). Однако получить такие кристаллы довольно сложно.

Существует гипотеза, что основная примесь, которая затрудняет рост кристаллов белков, это олигомеры белка [2]. Ранее в работе [3] была представлена топограмма кристалла тетрагонального лизоцима. На топограмме (Рис.1) видны полосы зонарной

неоднородности, что говорит о наличии примеси в данном кристалле. Поэтому определение природы примеси в растворах белков является важной задачей.

Был проведен ряд экспериментов по подбору концентрации и pH буферного раствора и концентрации белка для получения кристаллов размером около 2 мм. В экспериментах использовался 3-кратно и 6-кратно перекристаллизованный лизоцим. Из раствора 3-кратно перекристаллизованного лизоцима кристаллы получены не были. Что может свидетельствовать о присутствии в нем примесей, препятствующих росту кристаллов.

Для определения наличия высокомолекулярной примеси в наших растворах с белками двух марок в присутствии осадителя был измерен радиус частиц. Поиск осуществлялся двумя методами. Измерения с помощью динамического светорассеяния проводились на приборе «ALV-CGS-5000/60Х0». Малоугловое рассеяние частиц проводилось на Малоугловом автоматическом рентгеновском дифрактометре «АМУР-К».

Методом динамического рассеяния света исследовались образцы с разной концентрацией белка и разным временем выдержки перед началом эксперимента. С точностью до 0.1 нм во всех случаях было получено одно и то же значение радиуса частиц, 2,2 нм, близкое к размеру мономеров

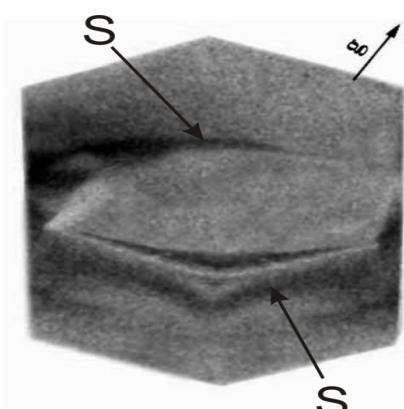


Рис.1. Рентгеновская топограмма кристалла тетрагонального лизоцима

лизоцима. Это говорит о том, что если димеры и присутствуют в растворе, то их содержание не превышает нескольких процентов и в обоих реактивах одинаково по порядку величины.

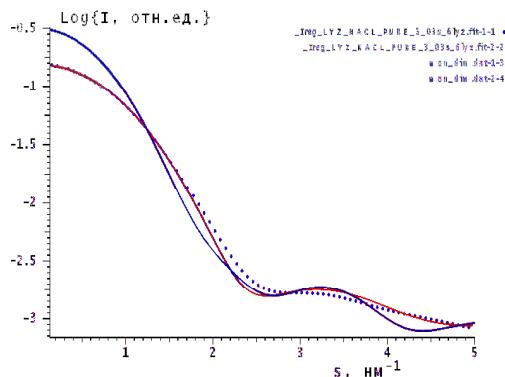


Рис. 2. Сравнение экспериментальных данных малоуглового рассеяния от растворов белка: а) №1 (чистый препарат, точки) с теретическим рассеянием от структуры мономера (кривая 2, красная линия) и димерной частицы (кривая 4); б) – то же для образца №2 (с примесями).

Для определения доли димерных молекул рассчитывали теоретические кривые интенсивности МУР от атомной структуры мономера лизоцима, взятой из банка данных, и структуры, составленной из двух мономеров. Расчеты показали, что данные измерений описываются рассеянием от раствора мономера с нулевой долей растворенных димеров. На рисунке 2 показаны кривые рассеяния от двух разных образцов белка (а,б) и теоретические кривые рассчитанные для растворенных мономеров и их димеров. Из рисунка видно, что рассеяние от димерных молекул имеет другую форму кривой интенсивности, которая не соответствует измеренным данным. Таким

образом и в данном эксперименте не обнаружено разницы в содержании димеров в разных реактивах.

Однако сравнение функции парных

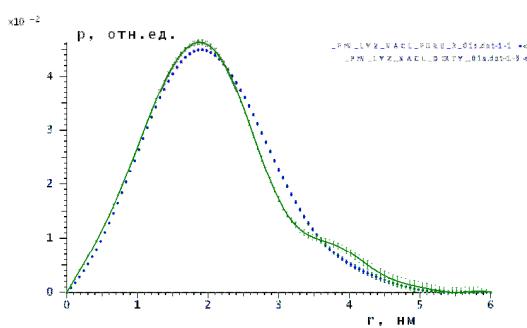
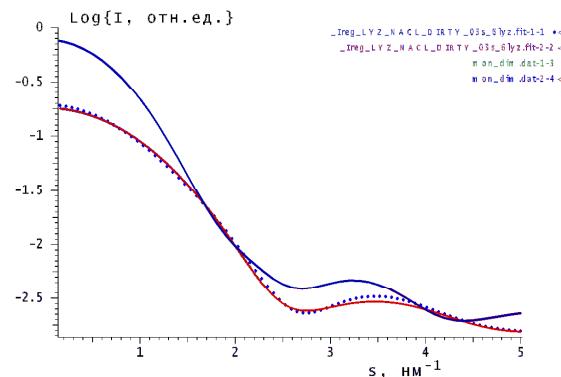


Рис.3. Функция парных расстояний для двух образцов белка, рассчитанных по данным МУР

расстояний для двух растворов, рассчитанных по данным МУР (Рис.3), показывает в растворе 3-кратно перекристаллизованного лизоцима наличие низкомолекулярных примесей в количестве порядка нескольких процентов в отличие от раствора 6-кратно перекристаллизованного реагента.

Результаты наших исследований не дают оснований утверждать, что димеры влияют на процесс роста кристаллов белков. Но на процесс роста может влиять низкомолекулярная примесь, которая была обнаружена в 3-кратно перекристаллизованном лизоциме.

Далее, мы исследовали растворы методами аналитического ультрацентрифугирования и электрофореза.

По результатам исследований в шестикратно перекристаллизованном растворе лизоцима приблизительно 97,4% частиц имеют массу 17,3 kDa и около 2,6% - 53.9 kDa. В трехкратно перекристаллизованном растворе лизоцима 98,3% частиц имеют вес 15.8 kDa, что близко к массе мономера лизоцима, и около 1,7% - 55,8 kDa, то есть примерно в 4 раза больше массы мономера.

При помощи электрофореза (рис. 4) исследовались растворы белка двух видов. В результате в растворах было обнаружено значительное содержание частиц с массой около 15 kDa, заметное количество частиц массой около 27 kDa и незначительное более 50 kDa. Приближенно, по интенсивности и ширине полос среднее содержание димеров в образцах можно оценить следующим образом: 4% для шестикратно перекристаллизованного лизоцима и 1% для трехкратно перекристаллизованного.

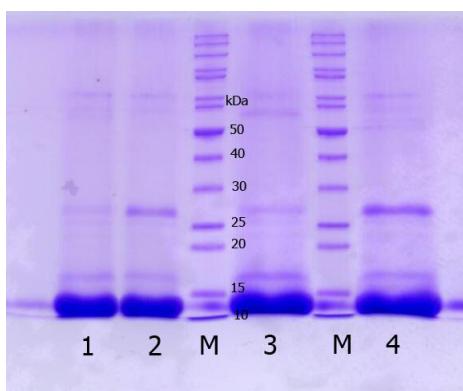


Рис. 4. Определение массы частиц в растворе лизоцима при помощи электрофореза.  
1,3 – трехкратноперекристаллизованный лизоцим;  
2,4 – шестикратнoperекристаллизованный лизоцим

Наблюдаемые результаты можно интерпретировать следующим образом. Денатурирующие условия электрофореза привели к разрушению ассоциатов, которые были обнаружены в экспериментах по

ультрацентрифугированию, и их разделению на более прочные частицы – мономеры и димеры. Следует заметить, что численные оценки содержания димеров по результатам электрофореза следует считать качественными.

Можно сделать вывод о том, что причиной, препятствующей кристаллизации лизоцима, являются не димеры (или другие олигомеры), а другие (низкомолекулярные) примеси.

Таким образом, вопрос о природе примесей, влияющих на кристаллизацию белков, остается открытым.

[1] Mirjam Leunissen. Protein crystallization. Nijmegen University (2001).

[2] Kazuo Onuma, Koji Inakab, Journal of Crystal Growth 310, 1174–1181, (2008)

[3] А.Э. Волошин, С.И. Ковалёв, М.С. Лясникова, Э.Х. Мухамеджанов, М.М. Борисов, М.В. Ковальчук. Рентгеновская топография кристалла тетрагонального лизоцима. // Кристаллография. 2012. Т. 57. № 5. С. 750-755.

# КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ САПФИРОВЫХ ПОДЛОЖЕК МЕТОДАМИ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ

А. В. Буташин, Ю. О. Волков, А. Н. Дерябин, И. В. Кожевников,  
Б. С. Рощин

Институт Кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН  
119333, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский пр., 59.  
*e-mail:* [neko.crys@gmail.com](mailto:neko.crys@gmail.com)

Метод рентгеновской рефлектометрии основан на получении информации о структуре слоисто-неоднородных сред в направлении, перпендикулярном поверхности, на основе угловой зависимости коэффициента отражения рентгеновского излучения [1]. При этом прямое извлечение профиля рассеивающей плотности  $\varepsilon(z)$  из кривой отражения затруднено рядом различных как фундаментальных, так и технических проблем. К настоящему моменту разработано множество независимых подходов к решению обратной задачи рефлектометрии, однако большинство из них характеризуется рядом принципиальных недостатков.

В частности, большинство методов основаны на использовании параметрических моделей отражающей среды, что требует априорных сведений о внутренней структуре изучаемого объекта для построения корректной модели. В свою очередь, в ходе реконструкции профиля  $\varepsilon(z)$  влиянием шероховатостей поверхности на коэффициент отражения либо пренебрегают, либо описывают его на основе упрощённых подходов (например, введением фактора Дебая-Валлера), основанных на априорных предположениях о статистических свойствах шероховатости.

В свою очередь, в ходе исследования шероховатостей посредством анализа углового распределения рассеянного рентгеновского излучения, как правило, используется элементарная модель отражающей среды, в рамках которой не

принимается во внимание неоднородность приповерхностного слоя исследуемого образца по глубине и/или диффузионные эффекты на границах раздела. Однако неравномерное распределение  $\varepsilon(z)$  может существенно повлиять на картину рассеяния.

Таким образом, наиболее корректное исследование структуры поверхности в латеральной плоскости и по глубине заключается в одновременном извлечении как статистических параметров шероховатости, так и профиля  $\varepsilon(z)$ .

В настоящей работе было проведено исследование структуры поверхности суперполированных пластин лейкосапфира, подвергнутых высокотемпературному отжигу. В качестве образцов были использованы сапфировые подложки ориентации (0001), выращенные и полированные в ИК РАН. Отжиг проводился в вакууме в течение 1 часа при температурах 900°C, 1000°C и 1400°C. Для восстановления внутренней структуры приповерхностного слоя был применён модельно-независимый самосогласованный подход, разработанный в [2] и сочетающий методы рентгеновской рефлектометрии и рассеяния в условиях скользящего падения зондирующего пучка. Измерения угловых зависимостей коэффициента отражения и индикаторов рассеяния излучения проводились на лабораторном дифрактометре с подвижной

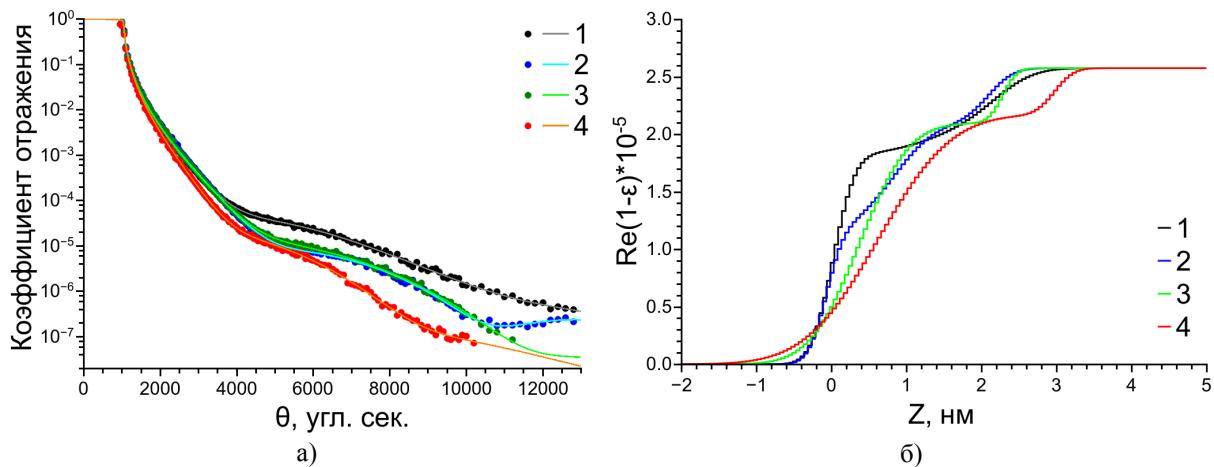


Рис. 1. Угловые зависимости коэффициента отражения (а) и восстановленные профили действительной части диэлектрической проницаемости (б) сапфировых подложек: 1 — исходная; 2 — отжиг 900°C; 3 — отжиг 1000°C; 4 — отжиг 1400°C.

системой трубка-детектор [3], при этом энергия зондирующего излучения составляла 8052 эВ.

Профиль диэлектрической проницаемости, восстановленный для исходной пластины (рис. 1б, кривая 1), показывает присутствие на поверхности нарушенного слоя, объёмная плотность которого существенно ниже плотности массивного сапфира. По мере проведения отжига конфигурация нарушенного слоя изменяется (рис. 1б, кривые 2-4), что, по всей видимости, связано с процессом перекристаллизации поверхности.

В свою очередь, функции спектральной плотности мощности шероховатости показывают, что при отжиге до 1000°C включительно рельеф поверхности практически не изменяется (рис. 2, кривые 1-3). При этом значение эффективной высоты шероховатости  $\sigma_{\text{eff}}$  в диапазоне пространственных частот 0.05...10  $\mu\text{мкм}^{-1}$  составляет 2.8 Å. Однако в результате отжига при 1400°C шероховатость поверхности существенно возрастает ( $\sigma_{\text{eff}} \approx 5.1$  Å), а одномерная PSD-функция (рис. 2, кривые 4 и 5) существенно изменяется при изменении азимутальной ориентации образца, что указывает на существенную анизотропию поверхностного рельефа. Подобный эффект, как правило, связан с формированием на поверхности сапфира регулярных наноразмерных ступеней [4]. В то же время одномерные PSD-функции рельефа не обнаруживают на поверхности следов периодической структуры. Это позволяет ожидать, что строго упорядоченный нанорельеф не был сформирован, предположительно, вследствие сравнительно малой (менее угловой минуты) разориентации плоскости среза образца относительно кристаллографической плоскости (0001).

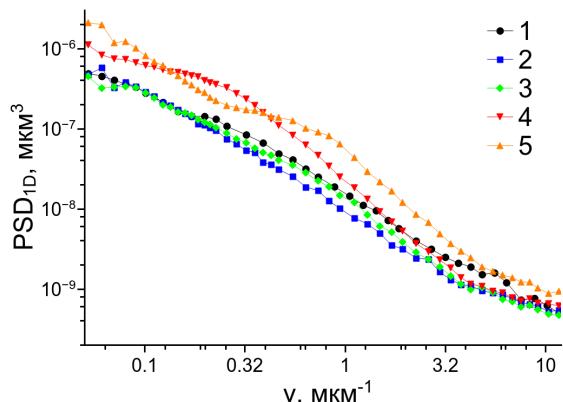


Рис. 2. Одномерные PSD-функции рельефа поверхностей подложек: 1 — исходная; 2 — отжиг 900°C; 3 — отжиг 1000°C; 4,5 — отжиг 1400°C при перпендикулярных азимутальных ориентациях.

Таким образом, в работе с применением комплексного самосогласованного подхода, учитывающего отражение и рассеяние рентгеновского излучения при скользящем падении, проведено исследование изменения структуры поверхности и приповерхностного слоя полированных лейкосапфировых подложек, подвергнутых высокотемпературному отжигу.

- [1] M. Tolan, in: X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films, Springer, Berlin (1999).
- [2] I.V. Kozhevnikov, L. Peverini, E. Ziegler, Phys. Rev. B **85**, (2012), p. 125439
- [3] В.Е. Асадчиков, В.Г. Бабак, А.В. Бузмаков и др., Приб. Техн. Экспер. №2, (2005), с. 1-9
- [4] L. Pham Van, O. Kurnosikov, J. Cousty, Surf. Sci. **411**, (1998), p. 263-271

# ОСНОВНЫЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ И ПОНЯТИЯ СТАТИСТИЧЕСКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ

В.А. Бушуев

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119992 Москва, Россия  
e-mail: vabushuev@yandex.ru

**Аннотация.** В лекции в сжатом виде будут представлены такие основные понятия и представления волновой рентгеновской оптики, как случайные процессы, корреляционные и спектральные характеристики случайных процессов, теорема Винера-Хинчина, статистическое усреднение и усреднение по времени, случайные поля, пучки и импульсы, корреляционные функции, угловой и частотный спектр, пространственная и временная когерентность, степень когерентности, методы измерения, опыт Юнга, Фурье-спектроскопия, распространение случайных волн в свободном пространстве, теорема Van Циттерта-Цернике, когерентные свойства излучения источников синхротронного излучения (СИ) и импульсов рентгеновских лазеров на свободных электронах (РЛСЭ), когерентная дифракция, inline голограмма, проблема восстановления фазы и изображения нанообъектов, влияние дифракции в кристаллах на статистические свойства случайных рентгеновских импульсов. Лекция сопровождается красочными иллюстрациями самых последних экспериментальных достижений в данной области.

**1. Случайные процессы.** Большинство источников электромагнитных колебаний представляют собой генераторы шума. Математической основой статистической оптики является теория случайных функций. Функция одной или нескольких независимых переменных называется случайной, если ее значения при произвольной последовательности выбора значений независимых переменных оказывается набором случайных величин. Случайную функцию  $x(t)$  в момент времени  $t$  будем характеризовать функцией распределения вероятностей  $w(x, t)$ . Вероятность для  $x(t)$  принять значение, лежащее в некотором интервале  $(a, b)$ , имеет вид [1-4]

$$P(a \leq x \leq b, t) = \int_a^b w(x, t) dx. \quad (1)$$

Совокупность всех возможных реализаций случайного процесса  $x(t)$  называют статистическим ансамблем. Среднее значение  $\langle x \rangle \equiv \bar{x}$  случайного процесса  $x(t)$  находится как

$$\langle x \rangle = \int_{-\infty}^{\infty} x w(x, t) dx. \quad (2)$$

Среднее  $\bar{x}$  имеет смысл регулярной, т.е. вполне предсказуемой, характеристики случайного процесса, который можно записать в виде суммы регулярной составляющей  $\bar{x}(t)$  и флук-

туационной компоненты  $\xi(t)$ :  $x(t) = \bar{x}(t) + \xi(t)$ , где  $\langle \xi(t) \rangle = 0$ .

Особую роль при статистических оценках играет центральный момент второго порядка, или дисперсия, которая характеризует среднюю интенсивность флуктуаций:  $\sigma^2 = \langle x^2 \rangle - \langle \bar{x} \rangle^2$ , где  $\sigma$  - среднеквадратичное отклонение случайной величины.

**2. Спектральное представление случайного стационарного процесса.** Случайный процесс называется стационарным, если его статистика определяется только разностью времен  $t_1 - t_2$  и не зависит от начала отсчета времени  $t_0$ . Введем корреляционную функцию (КФ), которая определяет статистическую связь между величинами  $\xi(t)$  в разные моменты времени:

$$\Gamma(\tau) = \langle \xi(t) \xi^*(t + \tau) \rangle. \quad (3)$$

Представим флуктуационную компоненту стационарного случайного процесса  $\xi(t) = x(t) - \langle x \rangle$  в виде интеграла Фурье:

$$\xi(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \xi(\omega) \exp(-i\omega t) d\omega. \quad (4)$$

Подстановка (4) в (3) при условии независимости КФ  $\Gamma(\tau)$  от  $t$  приводит к тому, что спектральные амплитуды  $\xi(\omega)$  обязаны быть  $\delta$ -коррелированными, т.е.  $\langle \xi(\omega) \xi^*(\omega') \rangle = G(\omega) \delta(\omega - \omega')$ , где  $G(\omega)$  – спектральная плотность случайного процесса, описывающая распределение средней интенсивности процесса по частотам:

$$\langle \xi^2(t) \rangle = \int_{-\infty}^{\infty} G(\omega) d\omega. \quad (5)$$

Из (3) и (5) следует **теорема Винера-Хинчина**, согласно которой спектральная плотность  $G(\omega)$  и корреляционная функция  $\Gamma(\tau)$  связаны между собой прямым и обратным фурье-преобразованиями:

$$\Gamma(\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} G(\omega) \exp(-i\omega\tau) d\omega, \quad (6)$$

$$G(\omega) = (1/2\pi) \int_{-\infty}^{\infty} \Gamma(\tau) \exp(i\omega\tau) d\tau. \quad (7)$$

Так как КФ  $\Gamma(\tau)$  является четной, то спектральная плотность также является четной функцией:  $G(-\omega) = G(\omega)$ .

Если  $\Delta\omega$  - определенная некоторым образом ширина спектра  $G(\omega)$  случайного процесса  $\xi(t)$ , то в силу общих свойств преобразования Фурье

$$\Delta\omega = \text{const}/\tau_c, \quad (8)$$

где  $\tau_c$  – время корреляции, которое характеризует временной интервал, на котором статистическая связь между значениями случайного процесса “распадается”. Величина константы в (8) зависит от формы спектра, а также от конкретного способа определения величин  $\Delta\omega$  и  $\tau_c$ .

**3. Усреднение по времени. Эргодичность.** Определим усреднение функции  $x(t)$  по временему интервалу  $T$  следующим образом:

$$\langle x(t) \rangle_T = \frac{1}{T} \int_t^{t+T} x(t') dt'. \quad (9)$$

Если по времени усредняется стационарная случайная функция  $x(t) = \bar{x} + \xi(t)$ , то усреднение будет влиять только на величину временной компоненты  $\langle \xi(t) \rangle_T$ . В пределе  $T \rightarrow \infty$  получим, что  $\langle x(t) \rangle_T = \bar{x}$ . Процессы, для которых выполняется это соотношение, называют эргодическими. Поэтому вместо усреднения по большому числу реализаций случайного процесса можно проводить усреднение одной, но достаточно длинной реализации.

**4. Случайные поля.** В волновой оптике среднее значение поля  $\langle E(\mathbf{r}, t) \rangle = 0$ . Определим корреляционную функцию поля (*функция взаимной когерентности* (ФВК), mutual coherence function (MCF)) соотношением

$$\Gamma(\mathbf{r}_1, t_1; \mathbf{r}_2, t_2) = \langle E(\mathbf{r}_1, t_1) E^*(\mathbf{r}_2, t_2) \rangle, \quad (10)$$

где угловые скобки означают усреднение за интервал времени, много больший характерного времени флуктуаций поля.

Для *стационарных* во времени полей  $\Gamma(\mathbf{r}_1, t_1; \mathbf{r}_2, t_2) = \Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \tau)$ , где  $\tau = t_2 - t_1$ . Для *однородных* полей  $\Gamma(\mathbf{r}_1, t_1; \mathbf{r}_2, t_2) = \Gamma(\mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2; t_1, t_2)$ . Однородное случайное поле называется *изотропным*, если КФ зависит лишь от абсолютного расстояния между точками  $\rho = |\mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1|$ . Для стационарных во времени и однородных в пространстве случайных полей корреляционная функция  $\Gamma(\mathbf{r}_1, t_1; \mathbf{r}_2, t_2) = \Gamma(\rho, \tau)$ .

Представим случайное поле  $E(\mathbf{r}, t)$  в виде разложения по плоским волнам:

$$E(\mathbf{r}, t) = \iint E(\mathbf{k}, \omega) \exp(i\mathbf{k}\mathbf{r} - i\omega t) d\mathbf{k} d\omega. \quad (11)$$

где  $E(\mathbf{k}, \omega)$  – спектральные амплитуды, которые также являются случайными функциями  $\mathbf{k}$  и  $\omega$  (здесь и далее интегрирование проводится в пределах от  $-\infty$  до  $+\infty$ ).

В случае однородного и стационарного поля с КФ  $\Gamma(\rho, \tau)$  спектральный коррелятор

$$\langle E(\mathbf{k}, \omega) E^*(\mathbf{k}', \omega') \rangle = G(\mathbf{k}, \omega) \delta(\mathbf{k} - \mathbf{k}') \delta(\omega - \omega'), \quad (12)$$

где  $G(\mathbf{k}, \omega)$  – спектральная плотность пространственно-временного случайного поля. КФ  $\Gamma(\rho, \tau)$  и спектральная плотность  $G(\mathbf{k}, \omega)$  связаны соотношениями, аналогичными (6) и (7).

**5. Случайная волна.** Это важный частный

случай. Рассмотрим волну, близкую к регулярной плоской монохроматической волне, которая распространяется вдоль оси  $z$ :

$$E(\mathbf{r}, z, t) = A(\mathbf{r}) \exp(ik_0 z - i\omega_0 t), \quad (13)$$

где  $A(\mathbf{r})$  – комплексная амплитуда волны, которая случайным образом зависит только от координаты  $\mathbf{r}$  в плоскости, перпендикулярной оси  $z$ . Такая “искаженная” плоская волна возникает, например, при прохождении идеальной плоской и монохроматической волны через экран, пропускание и фазовый набег которого случайным образом меняются от точки к точке. Волну (13) можно характеризовать поперечной КФ  $\Gamma(\mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1) = \langle A(\mathbf{r}_1) A^*(\mathbf{r}_2) \rangle$ . Для статистически однородного и изотропного поля эта функция разлагается в двумерный интеграл Фурье

$$\Gamma(\rho) = \int G(\mathbf{q}) \exp(i\mathbf{q}\rho) d\mathbf{q}, \quad (14)$$

где  $\mathbf{q}$  – поперечная компонента волнового вектора  $\mathbf{k}$ ,  $k_z = (k_0^2 - q^2)^{1/2}$ ,  $G(q = k_0 \sin \theta)$  – угловой спектр, который определяет среднюю интенсивность излучения под углом  $\theta$  к оси  $z$ .

**6. Корреляционные функции, когерентность.** Более реальным, по сравнению с (13), является случай ограниченного в пространстве пучка и импульса [1, 4] (см. также [5], где очень подробно рассмотрены когерентные свойства излучения источников СИ и РЛСЭ):

$$E(\mathbf{r}, z, t) = A(\mathbf{r}, z, t) \exp(ik_0 z - i\omega_0 t), \quad (15)$$

где  $A(\mathbf{r}, z, t)$  – медленно меняющаяся комплексная и случайная амплитуда. Наиболее существенные черты пространственной статистики поля (15) описываются так называемой *поперечной* корреляционной функцией для некоторого сечения пучка  $z$ :

$$\begin{aligned} \Gamma_{\perp}(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; z) &= \langle E(\mathbf{r}_1, z, t) E^*(\mathbf{r}_2, z, t) \rangle \\ &= \langle A(\mathbf{r}_1, z, t) A^*(\mathbf{r}_2, z, t) \rangle. \end{aligned}$$

Центральное место в статистической оптике играет ФВК (10). Из определения (10) следует, что средняя интенсивность поля выражается через ФВК следующим образом:

$$I(\mathbf{r}, t) = \langle |E(\mathbf{r}, t)|^2 \rangle = \Gamma(\mathbf{r}, \mathbf{r}; t, t). \quad (16)$$

При описании распространения случайных пучков и импульсов удобно ввести новые координаты:  $\rho = \mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1$ ,  $\mathbf{R} = (1/2)(\mathbf{r}_2 + \mathbf{r}_1)$ . Тогда ФВК является функцией переменных  $\rho$ ,  $\mathbf{R}$  и  $z$ . Это означает, что поле реальных случайных пучков и импульсов не подчиняется условиям статистической однородности и изотропности, т.е. их поля являются существенно неоднородными и, значит, не подчиняются теореме Винера-Хинчина.

Нормированная корреляционная функция (комплексная степень когерентности, complex degree of coherence) определяется как

$$\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; t_1, t_2) = \frac{\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; t_1, t_2)}{[I(\mathbf{r}_1, t_1)I(\mathbf{r}_2, t_2)]^{1/2}}. \quad (17)$$

Для всех значений аргументов абсолютная величина  $0 \leq |\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; t_1, t_2)| \leq 1$ . Условие  $|\gamma| = 1$  означает полную когерентность, т.е. детерминированный сигнал, а  $|\gamma| = 0$  – отсутствие какой-либо статистической связи. Модуль  $|\gamma|$  при  $t_1 = t_2$  определяет степень *пространственной когерентности*, а при  $\mathbf{r}_1 = \mathbf{r}_2$  – степень *временной когерентности*.

**7. Стационарный пучок.** В этом случае ФВК  $\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau) = \langle E(\mathbf{r}_1, t)E^*(\mathbf{r}_2, t + \tau) \rangle$  зависит от временной задержки  $\tau = t_2 - t_1$ , а средняя интенсивность не зависит от времени:  $I(\mathbf{r}) = \Gamma(\mathbf{r}, \mathbf{r}; 0)$ . В стационарном случае общее выражение (17) для комплексной степени когерентности принимает вид

$$\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau) = \frac{\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau)}{\sqrt{I(\mathbf{r}_1)}\sqrt{I(\mathbf{r}_2)}}, \quad (18)$$

Здесь, как и выше, модуль  $0 \leq |\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau)| \leq 1$ .

По аналогии с (7) можно ввести функцию поперечной спектральной плотности (ПСП) (cross-spectral density (CSD) function), как фурье-преобразование от ФВК (10) [4]:

$$G(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega) = \int_{-\infty}^{\infty} \Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau) \exp(i\omega\tau) d\tau. \quad (19)$$

Функция ПСП (19) определяет корреляцию между спектральными амплитудами с частотой  $\omega$  в разных точках  $\mathbf{r}_1$  и  $\mathbf{r}_2$ . Когда эти точки совпадают, функция ПСП определяет спектральную плотность (спектр мощности, power spectrum) поля:

$$S(\mathbf{r}, \omega) = G(\mathbf{r}, \mathbf{r}; \omega). \quad (20)$$

По аналогии с (18) можно ввести также нормированную спектральную степень когерентности (spectral degree of coherence):

$$\mu(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega) = \frac{G(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega)}{\sqrt{S(\mathbf{r}_1, \omega)}\sqrt{S(\mathbf{r}_2, \omega)}}. \quad (21)$$

Очевидно, что, как и выше,  $0 \leq |\mu(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega)| \leq 1$ .

Для того, чтобы характеризовать поперечную когерентность одним числом, введем нормированную интегральную степень поперечной когерентности (см. в [5])

$$L(\omega) = \frac{\int F(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega) d\mathbf{r}_1 d\mathbf{r}_2}{\left| \int S(\mathbf{r}, \omega) d\mathbf{r} \right|^2}, \quad (22)$$

где

$$F(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega) = |\mu(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega)|^2 S(\mathbf{r}_1, \omega) S(\mathbf{r}_2, \omega).$$

Ясно, что величина  $L(\omega)$  лежит в интервале  $0 \leq L(\omega) \leq 1$ .

В случае узкого спектра комплексная степень когерентности

$$\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau) \approx \gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; 0) \exp(-i\omega_m \tau), \quad (23)$$

где  $\omega_m$  – средняя частота. Отсюда следует, что  $|\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau)| = |\mu(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \omega_m)|$ , а также выражение, которое связывает спектральную плотность и среднюю интенсивность:

$$S(\mathbf{r}, \omega) = \langle I(\mathbf{r}) \rangle \delta(\omega - \omega_m). \quad (24)$$

**8. Измерение пространственной когерентности. Интерферометр Юнга.** Интерферометр Юнга представляет собой непрозрачный экран с двумя отверстиями  $P_1$  и  $P_2$  на расстоянии  $s$  друг от друга (рис. 1), причем диаметр отверстий много меньше радиуса корреляции поля. На экран перпендикулярно ему падает случайная волна, поле которой  $E(\mathbf{r}, t)$  будем считать стационарным и однородным. Волновые пучки, исходящие из отверстий  $P_1$  и  $P_2$ , интерферируют на экране (координатном детекторе), который находится на некотором расстоянии  $D$ .

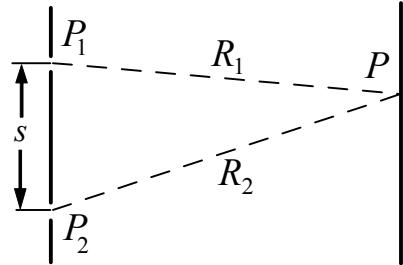


Рис. 1. Схема опыта Т. Юнга.

Суммарное поле в точке  $P$  на экране равно

$$E(P, t) = E(P_1, t - t_1) + E(P_2, t - t_2), \quad (25)$$

где  $t_{1,2} = R_{1,2}/c$  – время запаздывания,  $R_{1,2}$  – расстояния от отверстий до точки  $P$ . Средняя интенсивность  $I(P) = \langle |E(P, t)|^2 \rangle$  в точке  $P$  равна

$$I(P) = I_1 + I_2 + 2(I_1 I_2)^{1/2} \operatorname{Re}\gamma(s, \tau), \quad (26)$$

$$\gamma(s, \tau) = \Gamma(s, \tau)/(I_1 I_2)^{1/2}, \quad (27)$$

где  $\tau = t_2 - t_1$ ;  $\Gamma(s, \tau) = \langle E(P_1, t - t_1)E^*(P_2, t - t_2) \rangle$  – пространственно-временная корреляционная функция (функция взаимной когерентности (10)). Для поля вида (15)  $\Gamma(s, \tau) = \Gamma_\perp(s, \tau) \exp(-i\omega_0 \tau)$ , следовательно, комплексная степень когерентности

$$\gamma(s, \tau) = |\gamma(s, \tau)| \exp\{i[\alpha(s, \tau) - \omega_0 \tau]\}, \quad (28)$$

где фаза  $\alpha(s, \tau) = \arg \Gamma_\perp(s, \tau)$ .

Таким образом, выражение (26) принимает вид (для простоты будем считать, что  $I_1 = I_2$ )

$$I(P) = 2\{1 + |\gamma(s, \tau)| \cos[\alpha(s, \tau) - \delta]\}, \quad (29)$$

где  $\tau = (R_2 - R_1)/c$ ,  $\delta = \omega_0 \tau$ . Так как обычно  $s \ll D$ , то  $\tau = xs/cD$ , где  $x$  – координата на экране в плоскости рис. 1. Удобно ввести  $x$ -проекцию волнового вектора  $q_x = k_0(x/D)$ , тогда  $\tau = q_x s / \omega_0$  и аргумент  $\delta$  в (29) равен  $\delta = q_x s$ .

При  $\tau \ll \tau_c$  зависимость от  $\tau$  в (29) входит только через  $\delta$ , так что максимальные и минимальные значения интенсивности (29) определяются выражением  $I_{\max, \min} = 2[1 \pm |\gamma(s)|]$ . Конtrast интерференционной картины (видность) обычно

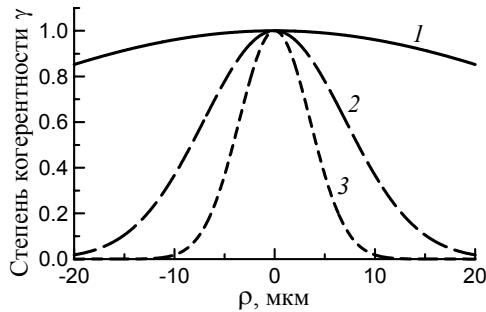
характеризуют величиной

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}}. \quad (30)$$

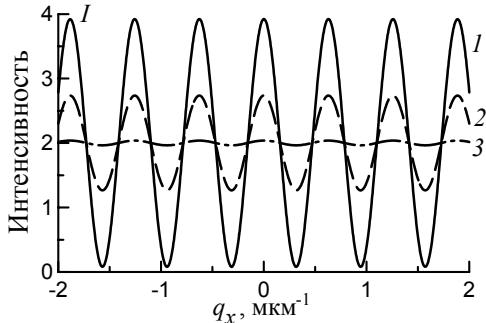
В итоге получим, что видность интерференционной картины просто равна степени пространственной когерентности:

$$V = |\gamma(s)|. \quad (31)$$

Если время задержки  $\tau \sim \tau_c$ , то видность (30) будет зависеть также и от разности времени  $\tau$ , т.е.  $V = V(\tau) = |\gamma(s, \tau)|$ . Заметим, однако, что для измерения временной корреляционной функции, неискаженной пространственной статистикой, лучше использовать другую интерференционную схему – интерферометр Майкельсона (см. в [1]).



**Рис. 2.** Степень пространственной когерентности  $\gamma_s(\rho) = \exp(-\rho^2/\rho_c^2)$  при разных значениях длины пространственной когерентности  $\rho_c$ : 50 (1), 10 (2) и 5 мкм (3).



**Рис. 3.** Распределение интенсивности  $I(q_x)$  в центральной части интерференционной картины для разных значений длины  $\rho_c$ : 50 (1), 10 (2) и 5 мкм (3). Расстояние между отверстиями в экране  $s = 10$  мкм, длина волны  $\lambda_0 = 1.6$  нм,  $\tau_c = 0.5$  фс.

Для иллюстрации приведенного выше материала рассмотрим степени пространственной и временной когерентности в виде гауссовых функций:  $\gamma_s(\rho) = \exp(-\rho^2/\rho_c^2)$  и  $\gamma_t(\tau) = \exp(-\tau^2/\tau_c^2)$ , где  $\rho_c$  – длина пространственной когерентности,  $\tau_c$  – время когерентности, так что в выражении (29)  $\gamma(s, \tau) = \gamma_s(s)\gamma_t(\tau)$ . Функции  $\gamma_s(\rho)$  при различных длинах  $\rho_c$  изображены на рис. 2. Из рис. 3 четко видно, как при фиксированном расстоянии  $s$  между отверстиями контраст интерференционной картины уменьшается при уменьшении длины пространственной когерентности  $\rho_c$ . Ана-

логичным образом, при заданной длине когерентности  $\rho_c$  контраст падает с увеличением расстояния  $s$  между отверстиями (см. ниже рис. 5).

### 9. Распространение ограниченных пучков и импульсов. Квазиоптическое приближение.

**Пропагатор.** Важнейшей задачей волновой оптики является определение поля  $E(\mathbf{r}, z, t)$  в точке  $\mathbf{r}$ , лежащей в некоторой плоскости на расстоянии  $z$  от источника, если задано некоторое поле  $E_0(\mathbf{s}, t) = A_0(\mathbf{s}, t)\exp(-i\omega_0 t)$  в точках  $\mathbf{s}$  на источнике в плоскости  $z = 0$  [6].

Произведем пространственное фурье-преобразование функции

$$E_0(\mathbf{s}, \omega) = (2\pi)^{-1} \int E_0(\mathbf{s}, t) \exp(i\omega t) dt,$$

которая является спектральной компонентой поля  $E_0(\mathbf{s}, t)$ :

$$E_0(\mathbf{s}, \omega) = \int E_0(\mathbf{q}, \omega) \exp(i\mathbf{q}\mathbf{s}) d\mathbf{q}, \quad (32)$$

где

$$E_0(\mathbf{q}, \omega) = (2\pi)^{-2} \int E_0(\mathbf{s}, \omega) \exp(-i\mathbf{q}\mathbf{s}) ds. \quad (33)$$

Функция  $E_0(\mathbf{q}, \omega)$  называется пространственно-частотным спектром поля  $E_0(\mathbf{s}, t)$ . Искомое поле  $E(\mathbf{r}, z, t)$  должно удовлетворять волновому уравнению Гельмгольца  $\Delta E - (1/c^2)\partial^2 E / \partial t^2 = 0$ . Легко показать, что спектральная компонента этого поля определяется выражением

$$E(\mathbf{r}, z; \omega) = \int E_0(\mathbf{q}, \omega) \exp(i\mathbf{q}\mathbf{r} + ik_z z) d\mathbf{q}, \quad (34)$$

где  $k_z = \sqrt{k^2 - q^2}$ ,  $k = \omega/c = 2\pi/\lambda$ . Таким образом, поле  $E(\mathbf{r}, z, t)$  представляет собой набор плоских волн с волновыми векторами  $(q_x, q_y, k_z)$ , частотами  $\omega$  и амплитудами  $E_0(\mathbf{q}, \omega)$ .

Рассмотрим распространение пучка или импульса с узким частотно-угловым спектром, когда величина  $E_0(\mathbf{q}, \omega)$  отличается от нуля лишь при  $q \ll k$  и  $\Omega = \omega - \omega_0 \ll \omega_0$ . Так как характерная ширина углового спектра  $\Delta q \approx 2\pi/a$ , где  $a$  – характерный поперечный размер источника, а  $\Delta\Omega \approx 2\pi/\tau_p$ , где  $\tau_p$  – характерная длительность импульса, то данное квазиоптическое приближение означает, что  $a \gg \lambda$  и  $\tau_p \gg T$ , т.е. размер источника много больше длины волны  $\lambda$ , а длительность импульса много больше периода колебаний  $T$ . Для рентгеновской оптики эти условия выполняются в подавляющем числе практически интересных случаев.

Разложим выражение для  $z$ -проекции волнового вектора  $k_z$  в ряд:  $k_z \approx k - q^2/2k$ , и подставим в (34). В итоге получим, что искомое поле

$$E(\mathbf{r}, z; \omega) = A(\mathbf{r}, z; \omega) \exp(ikz), \quad (35)$$

где  $A(\mathbf{r}, z; t)$  – медленно меняющаяся амплитуда поля в плоскости  $z$ :

$$A(\mathbf{r}, z; \omega) = \int E_0(\mathbf{s}, \omega) P(\mathbf{r} - \mathbf{s}; \omega) ds. \quad (36)$$

Функция  $P(\mathbf{r} - \mathbf{s}; \omega)$  в (36), которая интегральным образом связывает поле в точке  $(\mathbf{r}, z)$  с по-

лем во всех точках  $\mathbf{s}$  на поверхности источника, называется пропагатором (или функцией Грина свободного пространства), и определяется следующим выражением:

$$\begin{aligned} P(\mathbf{r} - \mathbf{s}; \omega) &= \\ &= (2\pi)^{-2} \int \exp[i\mathbf{q}(\mathbf{r} - \mathbf{s}) - iq^2 z / 2k] d\mathbf{q}. \quad (37) \end{aligned}$$

Для вычисления (37) используем так называемый “главный оптический интеграл”:

$$\int \exp(-iax + ibx^2) dx = \sqrt{\frac{i\pi}{b}} \exp\left(-i\frac{a^2}{4b}\right), \quad (38)$$

где  $a$  и  $b$  – любые комплексные величины. В итоге получим следующий явный вид для пропагатора (37):

$$P(\mathbf{r} - \mathbf{s}; \omega) = \frac{1}{i\lambda z} \exp\left[i\frac{k}{2z}(\mathbf{r} - \mathbf{s})^2\right]. \quad (39)$$

Частотная зависимость пропагатора определяется величиной  $k = \omega/c = k_0(1 + \Omega/\omega_0)$  в (37). В случае узкого спектра из (35), (36) легко получить, что временная структура поля сохраняется на расстояниях  $z \ll z_c$ :

$$E(\mathbf{r}, z; t) = \int E_0(\mathbf{s}, t - z/c) P(\mathbf{r} - \mathbf{s}; \omega_0) d\mathbf{s}. \quad (40)$$

Критическое расстояние  $z_c \approx \lambda_0(\omega_0/\Delta\Omega)/\pi\Delta\theta_0$  [7], где  $\Delta\Omega$  и  $\Delta\theta_0$  – спектральная и угловая ширины излучения. В случае типичных для РЛСЭ неменохроматичности  $\Delta\Omega/\omega_0 \sim (1-3) \times 10^{-3}$  и расходимости  $\Delta\theta_0 \sim 1-3$  мкрад [8] расстояние  $z_c \geq 1000$  м.

**10. Эволюция случайного импульса при распространении в свободном пространстве. Теорема Ван Циттерта-Цернике.** Представим поле импульса в плоскости источника  $z = 0$  в виде

$$E(\mathbf{r}, 0, t) = A_s(\mathbf{r}, t) \exp(-i\omega_0 t), \quad (41)$$

где  $\mathbf{r} = (x, y)$  – координата произвольной точки на источнике,  $\omega_0$  – средняя частота излучения,  $A_s(\mathbf{r}, t)$  – медленно меняющаяся и в общем случае случайная и комплексная амплитуда импульса. Статистические свойства излучения источника импульса (41) описываются корреляционной функцией

$$\Gamma_s(\mathbf{r}, \mathbf{r}'; t, t') = \langle A_s(\mathbf{r}, t) A_s^*(\mathbf{r}', t') \rangle. \quad (42)$$

Предположим теперь, что амплитуду поля (41) на источнике можно представить в виде произведения пространственной и временной функций:  $A_s(\mathbf{r}, t) = B_s(\mathbf{r})A(t)$ . Тогда из (36) следует, что амплитуда импульса в плоскости  $z$  также имеет вид произведения двух функций:

$$A(\mathbf{r}, z, t) = B(\mathbf{r}, z)A(t - z/c), \quad (43)$$

$$B(\mathbf{r}, z) = \int_{-\infty}^{\infty} B_s(\mathbf{r}') P(\mathbf{r} - \mathbf{r}', z) d\mathbf{r}', \quad (44)$$

где  $P(\xi, z) = (i\lambda_0 z)^{-1} \exp(i\pi\xi^2/\lambda_0 z)$  – пропагатор свободного пространства (39),  $\xi = (x - x', y - y')$ .

Представление амплитуды (43) в виде произведения приводит к тому, что корреляционная функция импульса также имеет вид произведения двух функций:

$$\Gamma_{tot}(\mathbf{r}, \rho, z; t, \tau) = \Gamma_\rho(\mathbf{r}, \rho, z)\Gamma(t, \tau), \quad (45)$$

где  $\Gamma_\rho(\mathbf{r}, \rho, z) = \langle B(\mathbf{r}, z)B^*(\mathbf{r} + \rho, z) \rangle$  описывает пространственную корреляцию в поперечном сечении импульса, а  $\Gamma(t, \tau) = \langle A(t)A^*(t + \tau) \rangle$  – корреляцию поля во времени. Из соотношений (43) и (44) видно, что при распространении импульса в свободном пространстве временная структура импульса  $A(t)$ , в том числе и временная статистика, сохраняются, изменяется лишь распределение амплитуды поля  $B(\mathbf{r}, z)$  (44) в его поперечном сечении.

Рассмотрим для примера гауссовский импульс в плоскости источника  $z = 0$  с амплитудой

$$\begin{aligned} B_s(\mathbf{r}) &= b_s(\mathbf{r}) \exp(-x^2/2r_{0x}^2 + i\varphi_{0x}) \times \\ &\times \exp(-y^2/2r_{0y}^2 + i\varphi_{0y}), \end{aligned} \quad (46)$$

где  $r_{0x}$  и  $r_{0y}$  – поперечные размеры импульса вдоль осей  $x$  (в горизонтальной плоскости) и  $y$  (в вертикальной), соответственно. Как правило, для источников СИ  $r_{0x} \gg r_{0y}$ . В дальнейшем, для сокращения записи, будем под  $r_0$  понимать  $r_{0x}$  и (или)  $r_{0y}$ . Функция  $\varphi_0(\mathbf{r}) = \alpha_0 r^2/2r_0^2$  – регулярная фаза, которая описывает возможное начальное параболическое искривление волнового фронта в плоскости источника,  $\alpha_0 = kr_0^2/R_0$  – безразмерный параметр этой фазы,  $R_0$  – радиус кривизны волнового фронта при  $z = 0$ . Случай  $\alpha_0 = 0$  отвечает плоскому волновому фронту, т.е.  $R_0 \rightarrow \infty$ .

В (46)  $b_s(\mathbf{r})$  – случайная амплитуда с нулевым средним  $\langle b_s(\mathbf{r}) \rangle = 0$  и с гауссовой функцией пространственной когерентности

$$\langle b_s(\mathbf{r}) b_s^*(\mathbf{r} + \rho) \rangle = \exp(-\rho^2/\rho_0^2), \quad (47)$$

где  $\rho_0$  – длина пространственной когерентности поля излучения источника. В литературе для характеристики размера импульса часто вводят понятие среднеквадратичного размера  $\sigma_0$  с помощью следующего соотношения для интенсивности:  $I(\mathbf{r}) = I(0) \exp(-r^2/2\sigma_0^2)$ . Очевидно, что  $\sigma_0 = r_0/\sqrt{2} \approx 0.707r_0$ .

С использованием формул (38) и (44) легко показать, что такой гауссов пучок (46) остается гауссовым и на других расстояниях  $z$  от источника; функция пространственной когерентности также остается гауссовой. Интенсивность импульса  $I(\mathbf{r}, z) = \Gamma_\rho(\mathbf{r}, 0, z)$  в плоскости  $z$  определяется соотношением

$$I(\mathbf{r}, z) = (1/M^2) \exp(-r^2/r_1^2), \quad (48)$$

причем его поперечный размер  $r_1(z) = r_0 M$  и длина пространственной когерентности  $\rho_1(z) = \rho_0 M$  увеличиваются одинаково в  $M$  раз, где

$$M(z) = [(1 + \alpha_0 D)^2 + D^2 + 2DF]^{1/2}, \quad (49)$$

Здесь  $D = \lambda_0 z / 2\pi r_0^2$  и  $F = \lambda_0 z / \pi \rho_0^2$  – волновые па-

параметры, которые описывают поперечное дифракционное расплывание импульса с увеличением  $z$ , обусловленные размером  $r_0$  и длиной пространственной когерентности  $\rho_0$  источника. Параметр квадратичной фазы регулярной части амплитуды равен  $\alpha_1(z) = \alpha_0 + (1 + \alpha_0^2)D + 2F$ . Ширина углового спектра импульса

$$\langle |B(\mathbf{q})|^2 \rangle = (1/4\pi^2 \Delta q_0^4) \exp(-q^2/\Delta q_0^2)$$

не зависит от расстояния  $z$ :

$$\Delta q_0 = (1/r_0)[1 + \alpha_0^2 + 4(r_0/\rho_0)^2]^{1/2}. \quad (50)$$

При типичных для РЛСЭ параметрах ( $r_0 \approx 40$  мкм,  $\rho_0 \sim r_0$  и  $\alpha_0 \leq 1$  [8]) угловая расходимость импульса  $\Delta\theta_0 = \Delta q_0/k_0 \sim 1-3$  мкрад, что много меньше ширины  $\Delta\theta_B \sim 10-15$  мкрад дифракционного отражения от совершенных кристаллов.

Рассмотрим соотношение (49) более подробно. Пусть для простоты  $\alpha_0 = 0$ . Рассмотрим два предельных случая – некогерентный и когерентный источники. Источник будем называть некогерентным, если длина пространственной когерентности много меньше размера источника, т.е.  $\rho_0 \ll r_0$ . В этом случае из (49) следует очень важный для практики факт, что длина пространственной когерентности  $\rho_1 \approx \lambda z/\pi r_0$  увеличивается с ростом расстояния  $z$  от источника и с уменьшением размера источника (здесь  $z$  таковы, что  $D, F \gg 1$ ). Именно это обстоятельство и побуждает делать рабочие каналы в источниках СИ достаточно длинными и уменьшать, по крайней мере, вертикальный размер выходного окна СИ. Угловая расходимость  $\Delta\theta_0 \approx \lambda_0/\pi\rho_0$  увеличивается с уменьшением  $\rho_0$ , однако тот факт, что СИ является хорошо сколимированным, т.е. слабо-расходящимся ( $\Delta\theta_0 \ll 1$ ) свидетельствует в пользу того, что длина пространственной когерентности на выходе из источника СИ  $\rho_0 \gg \lambda_0/\pi$ , т.е. много больше длины волны. Иными словами, излучение СИ в плоскости источника нельзя считать полностью некогерентным, оно является частично когерентным.

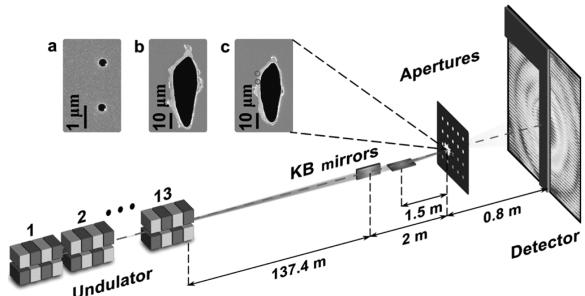
Так, например, по данным работы [5], для источника СИ PETRA III (энергия квантов 12 кэВ, режим low- $\beta$ ) при размерах источника  $\sigma_{0x} = 36$  мкм и  $\sigma_{0y} = 6$  мкм длины пространственной когерентности на источнике  $\rho_{0x} = 0.8$  мкм и  $\rho_{0y} = 6.6$  мкм, тогда как на расстоянии  $z = 60$  м эти длины весьма велики:  $\rho_{1x} = 37.5$  мкм и  $\rho_{1y} = 241$  мкм, что позволяет проводить исследования по когерентной дифракции и in-line голографии объектов с размерами в десятки микрометров. Тем не менее, нормализованная интегральная степень когерентности (22) крайне низка:  $L_x = 0.008$  и  $L_y = 0.36$ .

Формула (49) представляет собой обобщение теоремы Ван Циттерта-Цернике, полученной для некогерентного ( $\delta$ -коррелированного в пространстве) источника (см., например, в [1]).

В другом предельном случае полной коге-

рентности, т.е. когда  $\rho_0 \gg r_0$ , размер пучка на расстоянии  $z$  равен  $r_1 \approx \lambda_0 z / 2\pi r_0$ , а длина когерентности  $\rho_1 \approx r_1(\rho_0/r_0)$ . Угловая расходимость при этом практически достигает своего дифракционного предела  $\Delta\theta_0 = \lambda_0 / 2\pi r_0$ .

**11. Первые эксперименты на РЛСЭ.** В 2011 г. в журнале Phys. Rev. Lett. вышла очень интересная и по своему уникальная статья И. Вартанянца и др. [9], в которой впервые были измерены когерентные свойства импульсов РЛСЭ LCLS (Linac Coherent Light Source) в Стенфорде. Особо следует подчеркнуть, что измерения пространственной и временной когерентности проводились для каждого отдельного импульса (выстрела). Основные параметры РЛСЭ: энергия фотонов 780 эВ ( $\lambda = 1.6$  нм), длительность одного импульса 300 фс, средняя энергия импульса 1 мДж. Использовалась схема Юнга (рис. 4). В экране было изготовлено множество пар отверстий с расстояниями между отверстиями от 2-х до 15 мкм. После каждого выстрела экран сдвигался в новое положение, так как под действием мощного импульса происходило полное разрушение экрана в области с поперечными размерами примерно  $6 \times 17$  мкм<sup>2</sup>. Дифракционная картина успевала образовываться еще до процесса разрушения. Из-за случайного характера генерации энергия и положение импульсов флюктуировало в достаточно широких пределах.



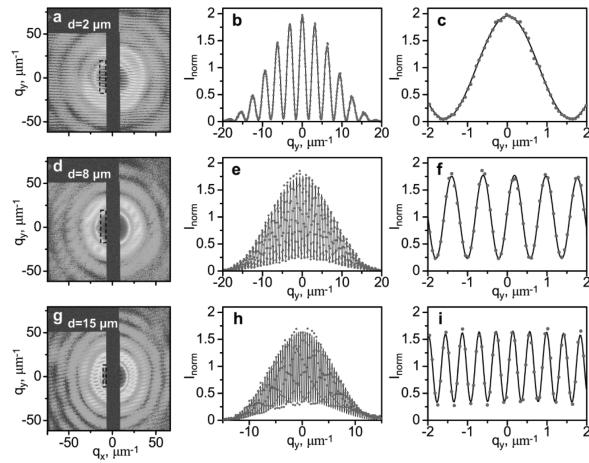
**Рис. 4.** Схема эксперимента. Показаны модуль из 13-ти ондуляторов, зеркала Кирпатрика-Баэза, фокусирующие импульсы на апертуру, и детектор, защищенный от прямого пучка с помощью поглотителя. На вставке показаны электронно-микроскопические изображения ряда апертур перед (a) и после (b) облучения одиночным импульсом LCLS. На вставке (c) показан случай, когда импульс попадает мимо пары отверстий, показанных слева кружками [9].

Интерференционная картина  $I(\mathbf{r})$  (26), наблюдаемая в эксперименте в точке  $\mathbf{r}$  на детекторе в случае излучения с узким спектром, определяется выражением [9]

$$I(\mathbf{r}) = I_0(\mathbf{r}) \{1 + |\gamma_{12}^{\text{eff}}(\tau)| \cos[\omega_0 \tau - \alpha_{12}(\tau)]\}, \quad (51)$$

где  $I_0(\mathbf{r})$  – распределение Эйри из-за дифракции на круглом отверстии,  $\tau$  – временная задержка,  $\omega_0$  – средняя частота излучения,  $\alpha_{12}(\tau)$  – относительная фаза. Модуль эффективной комплексной степени когерентности  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}(\tau)|$  определяется как

$|\gamma_{12}^{\text{eff}}(\tau)| = 2[(I_1 I_2)^{1/2}/(I_1 + I_2)]|\gamma_{12}(\tau)|$ , где  $\gamma_{12}(\tau)$  - собственная комплексная степень когерентности,  $I_{1,2}$  – интенсивности, которые падают на первое и второе отверстия. Если интенсивности  $I_1 = I_2$ , то  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}(\tau)| = |\gamma_{12}(\tau)|$  (ср. с (29)).

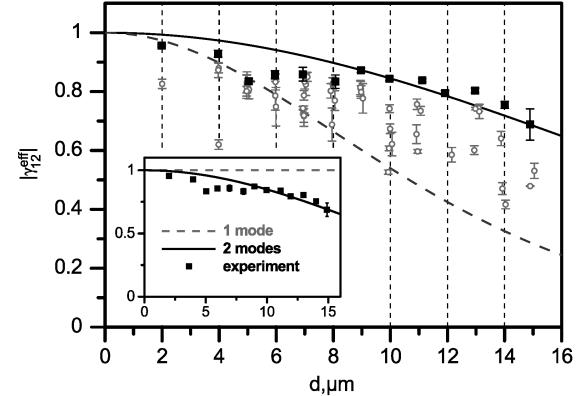


**Рис. 5.** Экспериментальные дифракционные картины. Левая колонка: интерференционные полосы от отверстий с промежутком  $d = 2$  (а), 8 (д) и 15 мкм (г); каждое изображение получено за один импульс LCLS как функция поперечных векторов расеяния  $q_x, q_y$ . Области, используемые для анализа поперечной когерентности, показаны штриховым прямоугольником вблизи центра картин. Средняя колонка: линия сканирования интерференционных полос находится на правом краю этой области, точки – эксперимент, линии – результат фитирования. Правая колонка: увеличенные области сканирования, показанные в средней колонке [9].

Анализ дифракционных данных проводился путем фитирования выражения (51) для каждой измеренной дифракционной картины (рис. 5). Модули эффективной комплексной степени когерентности  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}|$  для каждого расстояния между отверстиями в экране определялись для каждого импульса. На рис. 6 показан результат фитирования гауссовой функцией  $\exp(-d^2/2l_{cy}^2)$  для “наилучших” импульсов, которые показывают наивысшую степень когерентности и показаны квадратами на рис. 6. Это дает верхнюю оценку для среднеквадратичной (rms) длины поперечной когерентности  $l_{cy} = 16.8 \pm 1.7$  мкм в фокусе пучка LCLS в вертикальном направлении. Нормированная интегральная степень пространственной когерентности (22)  $L = L_x L_y = 0.56 \pm 0.12$ , причем  $L_x \approx L_y = 0.75 \pm 0.08$ .

Некоторые импульсы, которые облучали экран с большими расстояниями между отверстиями ( $> 10$  мкм), были экстремально яркими. Это позволило определить видность полос в точках на краю детектора, которые соответствовали времени задержки  $\tau \approx 0.6$  фс. При этих условиях временная зависимость уравнения (51) исследовалась отдельно, что позволило измерить временную когерентность для индивидуальных

фемтосекундных импульсов. Для каждого отдельного импульса контраст  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}(\tau)|$  как функция  $\tau$  фитировался гауссовыми функциями вида  $\exp(-\tau^2/2\tau_c^2)$ . Средняя величина  $\langle \tau_c \rangle$  для измеренных значений  $\tau_c$  дает время когерентности  $\langle \tau_c \rangle \approx 0.55 \pm 0.12$  фс (rms). Для пучка с гауссовым спектром эта величина находится в хорошем согласии с оценкой  $\tau_c \sim 1/\sigma_\omega = 0.4$  фс, где  $\sigma_\omega = 2.5 \text{ фс}^{-1}$  – среднеквадратичная ширина спектра LCLS на данной энергии 780 эВ.



**Рис. 6.** Модуль эффективной комплексной степени когерентности  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}|$  как функция расстояния между отверстиями. Экспериментальные величины показаны кружками. Гауссова функция (черная линия) показывает подгонку на основе лучших импульсов (квадраты), которые дают длину когерентности  $16.8 \pm 1.7$  мкм. Пунктирная линия показывает уменьшение величины  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}|$  вследствие максимальной измеренной отстройки между положением отверстий и падающим импульсом. На вставке: вклад мод более высокого порядка  $|\gamma_{12}^{\text{eff}}$ . Штриховая кривая – полностью когерентный случай (одна мода), черная линия – двухмодовый случай (подробнее см. в [5, 9]).

**12. Влияние дифракции в кристаллах на когерентные свойства импульсов РЛСЭ.** Генерация излучения в РЛСЭ основана на явлении самоиндукционного усиления спонтанного излучения (SASE) струек высокоэнергичных электронов при их прохождении через достаточно протяженную систему ондуляторов. Ожидается следующие параметры Европейского РЛСЭ и излучения в канале SASE 1: энергия электронов 17.5 ГэВ, центральная длина волны излучения  $\lambda_0 = 0.1$  нм, длительность импульсов  $\tau_p \sim 100$  фс. Эти импульсы имеют крайне нерегулярную многопикковую временную структуру с длительностью отдельных случайных субимпульсов (спайков)  $\tau_s \sim 0.1\text{--}0.2$  фс, разделенных интервалами времени  $\sim 0.3\text{--}0.4$  фс; поперечный размер импульса на выходе из ондулятора  $r_0 \approx 40$  мкм, угловая расходимость  $\Delta\theta_0 \approx 1$  мкрад. Ожидаемая пиковая яркость излучения РЛСЭ будет на 9 порядков превышать яркость современных источников СИ 3-го поколения.

Эксперименты с временным разрешением, корреляционная спектроскопия рентгеновских

фотонов, получение когерентных дифракционных и фазоконтрастных изображений в значительной степени зависят от когерентных свойств рентгеновских импульсов. Излучение РЛСЭ является практически полностью пространственно когерентным и характеризуется весьма посредственной временной когерентностью. В режиме насыщения длина пространственной когерентности  $\rho_0 \sim r_0$ , тогда как время когерентности  $\tau_c \approx 0.2$  фс  $\ll \tau_p$ , что приводит к достаточно широкой относительной спектральной ширине импульса  $\Delta E/E \approx 0.1\%$ .

Дифракционное отражение рентгеновского излучения от кристаллов и многослойных периодических структур широко используется для монохроматизации и коллимации излучения. Представим случайную медленно меняющуюся амплитуду падающего на кристалл импульса  $A(t)$  в виде разложения в интеграл Фурье, т.е. набор волн с частотами  $\omega = \omega_0 + \Omega$  и спектральными амплитудами  $A(\Omega)$ . Так как амплитуда импульса  $A(t)$  случайная, то  $A(\Omega)$  также является случайной функцией. Поскольку каждая плоская волна с амплитудой  $A(\Omega)$ , падающая на кристалл под углом  $\theta = \theta_0 + \Delta\theta$  к нормали, отражается от кристалла с амплитудным коэффициентом  $R(\Omega)$ , то амплитуда отраженного импульса определяется интегралом [7]

$$A_R(x, z, t) = \int R(\Omega) A(\Omega) \exp[-i\phi(\Omega, t)] d\Omega, \quad (52)$$

где ось  $z$  направлена вдоль вектора  $\mathbf{k}_h = \mathbf{k} + \mathbf{h}$ ,  $\mathbf{h}$  – вектор обратной решетки,  $k = (\omega_0 + \Omega)/c$ ,

$$\phi(\Omega, t) = \Omega(t - z/c - a_h x/c) + \Omega^2 F_h(z - x \tan \theta_h),$$

$a_h = (\sin \theta_0 - \sin \theta_h)/\gamma_h$ ,  $\theta_0 = \Psi - \theta_B$  и  $\theta_h = \Psi + \theta_B$  – углы падения и отражения по отношению к нормали к поверхности, направленной в глубь кристалла,  $\Psi$  – угол наклона отражающий плоскостей, угол Брэгга  $\theta_B$  определяется соотношением  $h = 2(\omega_0/c) \sin \theta_B$ ,  $\gamma_h = \cos \theta_h$ ,  $F_h = k a_h^2 / 2 \omega_0^2$ .

Статистические свойства импульса (52), отраженного от кристалла, определяются временной корреляционной функцией

$$\Gamma_R(t, \tau) = \langle A_R(t) A_R^*(t + \tau) \rangle. \quad (53)$$

Очевидно, что интенсивность отраженного импульса  $I_R(t) = \Gamma_R(t, 0)$ . Подставим (52) в (53) и проведем статистическое усреднение. В итоге получим, что

$$\begin{aligned} \Gamma_R(t, \tau) &= \iint g(\Omega, \Omega') R(\Omega) R^*(\Omega') \times \\ &\quad \times \Phi(\Omega, \Omega'; t, \tau) d\Omega d\Omega', \end{aligned} \quad (54)$$

где введена спектральная корреляционная функция падающего импульса

$$g(\Omega, \Omega') = \langle A(\Omega) A^*(\Omega') \rangle, \quad (55)$$

а  $\Phi$  является регулярной функцией частоты, времени и координат:

$$\Phi(\Omega, \Omega'; t, \tau) = \exp[-i\phi(\Omega, t) + i\phi(\Omega', t + \tau)]. \quad (56)$$

Энергетический (частотный) спектр падающего импульса определяется соотношением  $S(\Omega) = \langle |A(\Omega)|^2 \rangle$ , то есть  $S(\Omega) = g(\Omega, \Omega)$ .

Соотношения (54)-(56) в общем виде решают задачу о нахождении интенсивности  $I_R(t)$  и нормированной функции временной когерентности отраженного импульса

$$\gamma_R(t, \tau) = |\Gamma_R(t, \tau)| / [I_R(t) I_R(t + \tau)]^{1/2}. \quad (57)$$

На основе анализа различных данных можно предложить следующую простую модель нестационарного импульса РЛСЭ со случайной временной субструктурой:  $A(t) = F(t)a(t)$ , где  $F(t)$  описывает огибающую импульса и является регулярной действительной функцией времени,  $a(t)$  – случайный стационарный процесс, для которого среднее значение амплитуды  $\langle a(t) \rangle = 0$ , средняя интенсивность (дисперсия)  $\langle a(t)a^*(t) \rangle = 1$  и функция временной когерентности  $\gamma(\tau) = \langle a(t)a^*(t + \tau) \rangle$  не зависит от времени  $t$ . Для такого случайного сигнала спектральная корреляционная функция является  $\delta$ -коррелированной, т.е.  $\langle a(\Omega)a^*(\Omega') \rangle = G(\Omega)\delta(\Omega - \Omega')$ , где, согласно теореме Винера-Хинчина, спектральная плотность (энергетический спектр) этого сигнала

$$G(\Omega) = (1/2\pi) \int \gamma(\tau) \exp(-i\Omega\tau) d\tau. \quad (58)$$

Случайный импульс  $A(t)$  является нестационарным, так как его интенсивность  $I(t) = F^2(t)$  и корреляционная функция

$$\Gamma(t, \tau) = F(t)F(t + \tau)\gamma(\tau)$$

меняются со временем. Следует, однако, отметить, что функция временной когерентности такого импульса  $\Gamma(t, \tau) / [I(t)I(t + \tau)]^{1/2} = \gamma(\tau)$  совпадает с функцией когерентности случайного стационарного процесса  $a(t)$ .

Учтем теперь, что в рамках нашей модели спектральная амплитуда импульса  $A(\Omega)$  в (55) имеет следующий интегральный вид:

$$A(\Omega) = \int F(\Omega - \Omega') a(\Omega') d\Omega', \quad (59)$$

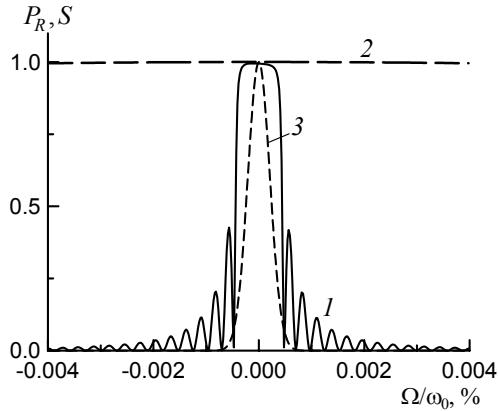
где  $F(\Omega)$  и  $a(\Omega)$  – спектральные амплитуды регулярной огибающей импульса  $F(t)$  и случайного сигнала  $a(t)$ , соответственно, которые определяются соотношениями, аналогичными (7). Наличие  $\delta$ -образного коррелятора позволяет после подстановки (59) в (55) перейти от двукратного интеграла в (55) к однократному и получить следующее выражение для входящей в (54) спектральной корреляционной функции:

$$g(\Omega, \Omega') = \int F(\Omega - \Omega_1) F^*(\Omega' - \Omega_1) G(\Omega_1) d\Omega_1.$$

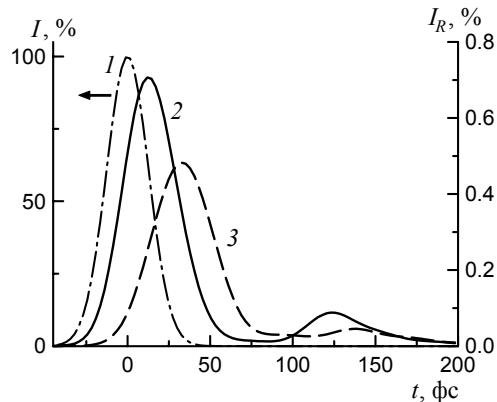
Приведенные выше соотношения легко вычисляются аналитически в случае гауссовой формы для огибающей импульса  $F(t)$  и функции временной когерентности  $\gamma(\tau)$  (подробнее см. в [7]).

В качестве иллюстрации рассмотрим сим-

метрическое отражение 400 в геометрии Брэгга от кристалла алмаза с толщиной 30 мкм; длина волны  $\lambda_0 = 0.1$  нм, длительность импульса  $\tau_p = 30$  фс, время когерентности, которое примерно равно длительности спайков,  $\tau_c = 0.18$  фс. Из рис. 7 видно, что спектральная ширина огибающей импульса (кривая 3) соизмерима с шириной брэгговского отражения, тогда как спектр импульса (кривая 2) практически постоянен во всей области дифракции.



**Рис. 7.** Спектральная кривая дифракционного отражения  $P_R(\Omega)$  (1), спектры падающего импульса  $S(\Omega)$  (2) и огибающей импульса  $|F(\Omega)|^2$  (3).

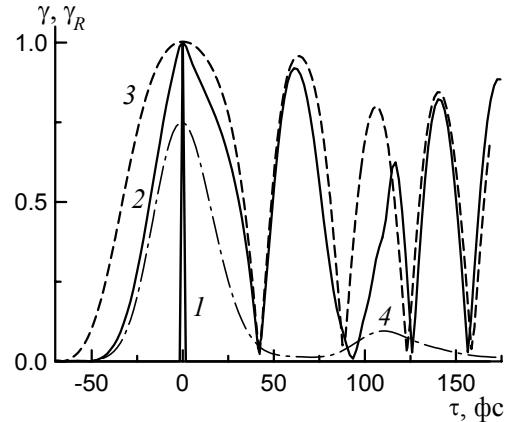


**Рис. 8.** Падающий импульс  $I(t)$  (кривая 1) и отраженные импульсы  $I_R(t)$  после 1-го (2) и 2-го (3) кристаллов, расположенных в параллельно друг другу.

Длительность отраженных импульсов возрастает примерно в полтора раза по сравнению с  $\tau_p$  (41 и 45 фс), а сами импульсы, в отличие от геометрии Лауз (см. в [7]), становятся асимметричными (рис. 8). Слабые максимумы в области  $t \approx \tau_B \approx 112$  фс связаны с запаздыванием отражения от нижней поверхности кристалла.

Из рис. 9 видно, что время когерентности отраженных импульсов даже превышает их длительность, т.е. импульсы становятся практически когерентными. В данном случае в заданном на рис. 9 интервале времени  $\tau_{cR1} \approx 80$  фс,  $\tau_{cR2} \approx 100$  фс. Функции временной когерентности  $\gamma_R(t, \tau)$  кардинально отличаются по форме как от функции  $\gamma(t)$  для падающего импульса, так и от

симметричных функций  $\gamma_R(t, \tau)$  в случае отражения в геометрии Лауз (см. в [7]). Асимметрия и осцилляции функции  $\gamma_R(t, \tau)$  вызваны интерференцией волн, отраженных от верхней и нижней поверхностей кристалла. Следует, однако, отметить, что интенсивные осцилляции на кривых  $\gamma_R(t, \tau)$  в области  $\tau \geq \tau_p$  не стоит абсолютизировать, поскольку в этой области интенсивности самих импульсов близки к нулю (см. кривую 4 на рис. 9).



**Рис. 9.** Функции временной когерентности падающего импульса  $\gamma(t)$  (кривая 1) и отраженного импульса  $\gamma_R(t, \tau)$ , после 1-го (2) и после 2-го (3) отражений; 4 – импульс, отраженный от 1-го кристалла. Моменты времени  $t$  соответствуют положениям максимумов на кривых  $I_R(t)$  на рис. 8.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 12-02-00924, № 13-02-00760) и BMBF (Project No. 05K10CHG, Germany).

[1] Ахманов С.А., Дьяков Ю.Е., Чиркин А.С., Введение в статистическую радиофизику и оптику, М.: Наука, 1981.

[2] Ахманов С.А., Дьяков Ю.Е., Чиркин А.С., Статистическая радиофизика и оптика. Случайные колебания и волны в линейных системах, М.: Физматлит, 2010.

[3] Рытов С.М., Введение в статистическую радиофизику, часть I, Случайные процессы, М.: Наука, 1976.

[4] Mandel L., Wolf E., Optical Coherence and Quantum Optics, Cambridge: Cambridge University Press, 1995.

[5] Vartanyants I.A., Singer A., New J. Physics, **12**, 035004 (2010).

[6] Виноградова М.Б., Руденко О.В., Сухоруков А.П., Теория волн, М.: Наука, 1990.

[7] Бушуев В.А., Самойлова Л., Кристаллография, **56**, 876 (2011).

[8] Tschentscher Th., XFEL, EU TN-2011-001, Hamburg, Germany (2011).

[9] Vartanyants I.A., Singer A., Mancuso A.P., et al., Phys. Rev. Lett. **107**, 144801 (2012).

# Изучение структуры смешанных кристаллов $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Васильева Н.А., Григорьева М.С., Гребенев В.В., Волошин А.Э.

Институт кристаллографии РАН, г.Москва, Ленинский проспект, д.59

labsol@crys.ras.ru

В настоящее время в качестве материалов для УФ фильтров активно используются кристаллы сульфосолей Туттона (химическая формула:  $M_2^{1+}M^{2+}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ , где  $M^+$ -щелочная метал или аммоний,  $M^{2+}$  - двухвалентный металл -  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ). В последние годы были предприняты попытки выращивания смешанных тройных соединений на основе сульфатов калия-никеля-кобальта из водных растворов [1,2]. Процесс получения таких кристаллов осложнен рядом факторов. Типичным примером является реакция изоморфного замещения, которая проявляется в локальных актах роста и растворения при взаимодействии кристалла с неравновесным ему раствором [3]. По этой причине в смешанном кристалле могут формироваться участки различного состава, в том числе, и на микроуровне. Для усовершенствования технологии роста важно знать реальную структуру кристаллов. Проследить процесс дефектообразования можно с помощью рентгеновских методов анализа.

Нами была изучена система сульфат калия-никеля – сульфат калия-кобальта. На основе полученных данных были впервые получены оптически однородные крупные (15\*15\*20 мм) смешанные кристаллы  $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  (KCNSH) из растворов с различным соотношением солевых компонентов кобальта и никеля ( $K_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  (KCSH) и  $K_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  (KNSH) соответственно), выращенные методом понижения температуры в разных режимах: статическом и динамическом.

Исследование реальной структуры кристаллов проводилось на двукристальном топографическом рентгеновском спектрометре ДТС методом проекционной рентгеновской топографии по Лангу. На рис. 1 представлены рентгеновские топограммы смешанных кристаллов KCNSH, выращенных в различных режимах и при различных соотношениях KCSH:KNSH в маточном растворе.



Рис.1. Топограммы кристаллов KCNSH : а - маточный раствор KCSH:KNSH = 1:2, статический режим, б - маточный раствор KCSH:KNSH = 3,7:1, динамический режим

Как видно из топограмм, в кристалле, выращенном в статическом режиме (рис.1 а), есть дислокации, выходящие из затравки, и секториальная граница, означающая, что в кристалле есть неоднородность, вызванная различным вхождением компонентов в разные грани. Тем не менее, кристалл демонстрирует весьма хорошее качество, сравнимое с качеством достаточно совершенных

однокомпонентных кристаллов, выращиваемых из растворов.

Кристалл, выращенный в динамическом режиме (рис.1 б) имеет существенно худшее структурное совершенство. Он сильно неоднороден по составу, причем, вблизи границ секторов отчетливо видны области роста фазы с другим составом, свойственные процессам изоморфного замещения.

Исследование однородности состава кристаллов KCNSH было проведено методом энергодисперсионного анализа. На рис.2 представлены усредненные по площади 30\*30 мкм картины распределения Со и Ni в кристалле, выращенном из раствора с соотношением компонентов KCSH/KNSH = 4/1.

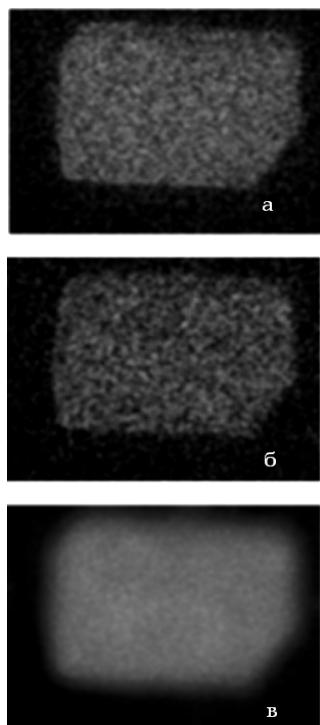


Рис.2. Усредненные по площади 30\*30 мкм изображения кристалла KCNSH: а - получено при детектировании характеристического рентгеновского излучения Со; б - получено при детектировании характеристического рентгеновского излучения Ni; в - сумма изображений (а) и (б)

Можно видеть, что результирующие изображение (рис.2 в) значительно однороднее исходных (рис. 2 а и б), что подтверждает факт

наличия микroneоднородности содержания Со и Ni в кристалле. Характерный размер элементов мозаики варьируется в интервале 70-200 мкм.

Для подтверждения наличия неоднородностей в кристаллах KCNSH, нами была проведена серия экспериментов по наблюдению поверхности растущего кристалла методом оптической микроскопии. На рис. За видно, что на поверхности кристалла внутри ямок наблюдаются островки.

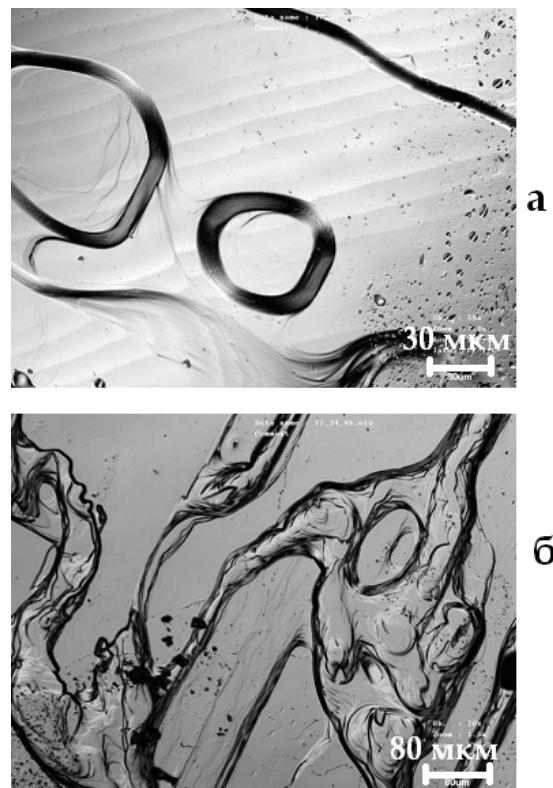


Рис.3. Трансформация ямок и островков с течением времени: а - нерастворившиеся островки внутри ямки травления, б - трансформация ямки и островков с течением времени.

их округлая форма, ровные края и высота, равная высоте стенок ямки говорят о том, что они образовались в результате растворения окружающих их участков кристалла. Примечательно, что размер островков – порядка 50-100 мкм, то есть совпадает с характерным размером микroneоднородностей, обнаруженных в этих кристаллах с помощью энергодисперсионного

метода анализа. С течением времени островки претерпевают такие же изменения, как и окружающие их ямки: их края покрываются новообразованиями, в то время как в промежутках между ними продолжается растворение основного кристалла (рис.3 б). Все эти изменения на поверхности кристалла – это локальные проявления реакции изоморфного замещения.

Также были исследованы оптические характеристики кристаллов. Полученные смешанные кристаллы обладают высоким пропусканием в УФ области (порядка 80% на длине волны 295 нм при толщине образца 5 мм) и низким пропусканием в видимой области (3% и 3,8% на длинах волн 440 и 560 нм, соответственно) (рис.4). Такие оптические характеристики позволяют использовать выращенные кристаллы в качестве материалов для УФ фильтров. Снижение пропускания в отдельных образцах связаны с генерацией дефектов структуры, причины которой обсуждаются.

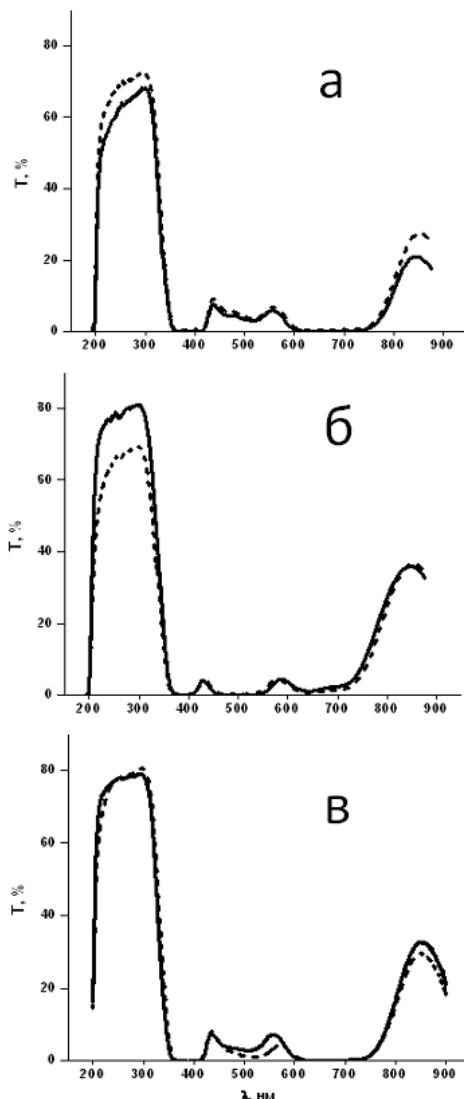


Рис.4. Спектры пропускания кристаллов KCNSH, выращенных в статическом (—) и динамическом (----) режимах при соотношении в растворе KCSH:KNSH 1:2 (а), 3.7:1 (б), 1:1 (в)

[1] Polovinco I.I., Rykhlyuk S.V., Koman V.B., Karbovnyk I.D. Journal of Applied Spectroscopy, 2009, v.76, №1.

[2] Youping H., Genbo S., Zhuang X., Zheng G. Crystal Research and Technology, 2006, v.41, №10, p.1031-1035.

[3] Волошин А.Э., Гликин А.Э., Ковалев С.И.. Руднева Е.Б., Крючкова Л.Ю., Кристаллография, 2003. Т. 48. Вып. 6. С. 1112-1123

# ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУР, ВЫРАЩЕННЫХ ПРИ НИЗКОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ МЕТОДОМ PECVD

**Я.С. Гришина, Р.Л. Волков, С.В. Дубков**

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград,  
проезд 4806, д. 5  
e-mail: [Yana-S-G@yandex.ru](mailto:Yana-S-G@yandex.ru)

В последнее время большой интерес направлен на изучение наноразмерных функциональных углеродных материалов из-за возможности их широкого применения для создания приборов наноэлектроники. Наряду с уже хорошо изученными углеродными материалами получают их новые виды с различной морфологией и структурой. На сегодняшний день создание углеродных материалов происходит в основном в присутствии катализаторов. В настоящей работе представлена возможность выращивания новых видов материалов без использования катализаторов. Она посвящена изучению методами электронной микроскопии углеродных наностолбиков, синтезируемых в процессе плазмохимического осаждения из газовой фазы (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition – PECVD). Исследования проводились в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650 и просвечивающем электронном микроскопе Philips CM 30.

Углеродные наностолбики формируются из монооксида углерода на подложке из кремния, промытой в растворе КАРО ( $H_2SO_4+H_2O_2+H_2O$ ), и высушенной в парах спирта. Рост проводится при температуре 250 °C в среде аргона.

Изображения углеродных наностолбиков, полученные в растровом электронном микроскопе, показаны на рис.1. Можно заметить, что верхние части структур образованы сцеплением отдельных наностолбиков (рис.1а). В верхнем правом углу на рис. 1б. показано светлопольное изображение продольного сечения наностолби-

ков, полученное в просвечивающем электронном микроскопе Philips CM 30. Из рисунка видно, что высота углеродных наностолбиков принимает значение около 160 нм.

Для исследования структуры материала, образующего наностолбики, с помощью электронно ионного микроскопа Helios NanoLab 650 методом In-Situ Lift-Out [1] были приготовлены электронно-микроскопические образцы поперечного сечения вдоль направления роста и тонкая фольга, сформированная под наклоном к кремниевой подложке. В обоих образцах для защиты материала в процессе препарирования предварительно на его поверхность последовательно наносились слои платины индуцированные пучком электронов (Pt-e) и затем ионов (Pt-i) толщиной около 300 нм и 2 мкм соответственно. По обе стороны от платиновых полос с помощью ионного пучка вырезались области для отделения образцов от подложек. Подведенной иглой микроманипулятора образцы вынимались и прикреплялись к медной сетке, где проводилось их утонение до получения тонких фольг толщиной меньше 50 нм.

Исследование полученных образцов осуществлялось в просвечивающем электронном микроскопе Philips CM 30 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

На рис.2 представлены изображения образца поперечного сечения, на которых темные области являются артефактами, вызванными наличием платины (Pt-e). Светлые участки соответст-

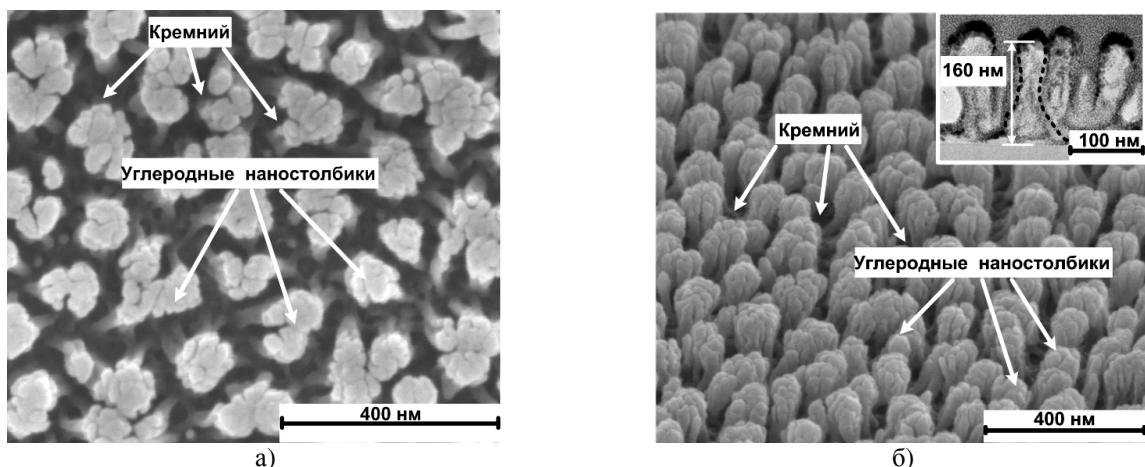
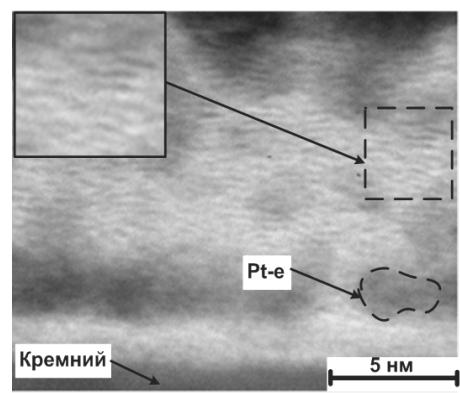
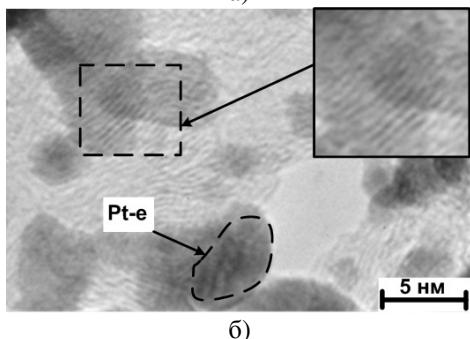


Рис. 1. Вид сверху (а) и сбоку (б) углеродных наностолбиков



а)



б)

Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения поперечного сечения наностолбиков в окрестности подложки (а) и в центральной области (б)



Рис. 3. Схематическое представление наностолбиков, на котором указаны исследованные зоны и плоскость формирования тонкой фольги под наклоном относительно подложки (штриховая линия)

вуют наностолбикам.

На изображении электронно-микроскопического образца замечено, что углеродная пленка в основании наностолбиков содержит упорядочения в расположении атомов, параллельные его поверхности (рис.2а). В наностолбиках они представлены отдельными фрагментами и ориентированы преимущественно перпендикулярно к подложке (рис. 2б).

Для изучения структуры наностолбиков от их оснований до верхних частей было приготовлено сечение тонкой фольги, выполненное под наклоном относительно подложки. На рис. 3 штриховой линией показано направление сечения наностолбиков и выделены зоны исследования. На рис.4 представлены электронно-микроскопические изображения сечений каждой

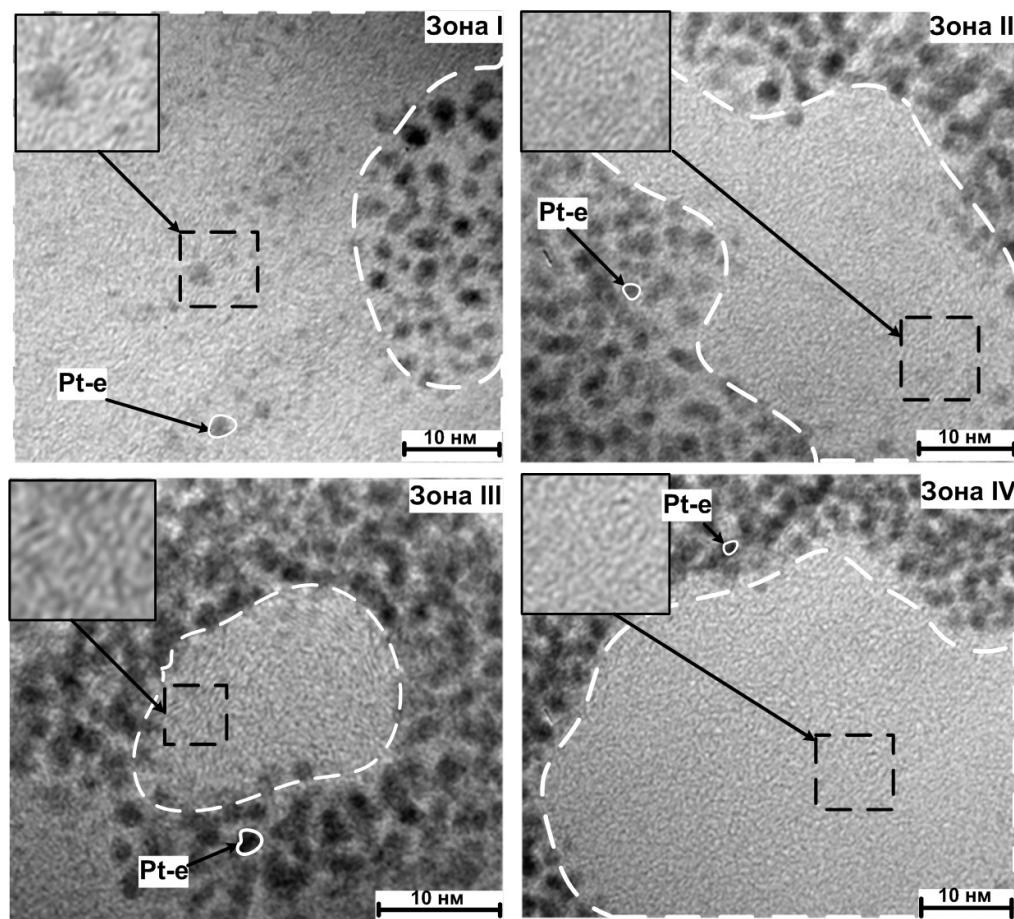


Рис. 4. Проекции поперечных сечений наностолбиков в четырех зонах исследования

зоны, где на вставках к рисункам показаны увеличенные изображения их конкретных областей. Зона I в наностолбиках заключена по высоте в диапазон значений от 0 до 22 нм и представляет углеродную пленку, расположенную на поверхности кремния, из которой начинают формироваться структуры. В зоне II и зоне III (диапазоны значений по высоте от 27 до 66 нм и от 67 до 96 нм соответственно) помимо аморфной структуры выявлены участки с упорядочением в расположении атомов. На половине высоты наностолбиков (зона III) такие упорядочения расположены главным образом по периферии сечений структуры в отличие от зоны II, где они представлены отдельными фрагментами по всей площади сечений. Центральные области на сечениях наностолбиков в зоне III состоят из аморфного углерода. Замечено, что в зоне IV (диапазон значений по высоте от 110 до 130 нм) фрагменты атомных плоскостей полностью отсутствуют.

На высокоразрешающих изображениях образца, выполненного под наклоном к подложке, были измерены значения между атомными плоскостями, которые составили в среднем 3.5 Å.

Из анализа поперечных сечений наностолбиков в зонах I–IV выявлено изменение их форм. В зоне I сечения структуры имеют не четко выраженные границы. По мере удаления от поверхности подложки (зоны II–III) сечения наностолбиков меняются и приобретают резкие очертания границ. Из-за сцепления верхних частей наностолбиков (зона IV) форма их сечений приобретает большие размеры в отличие от других исследуемых зон.

На рис. 5 представлена электронограмма от образца поперечного сечения с использованием диафрагмы, выделяющей на нем область около 500 нм и захватывающей помимо углерода другие материалы в структуре. С помощью про-

граммой Process Diffraction [2] проанализирована электронограмма и получен профиль распределения ее интенсивности, по которому найдены отражения, принадлежащие определенным материалам в образце, и соответствующие им значения межплоскостных расстояний (d).

На рис. 5 цифрой 1 показано кольцо, принадлежащее углероду с межплоскостным расстоянием около 3.7 Å, которое сравнимо со значением, полученным из высокоразрешающих изображений. Цифрами 2, 3.1, 3.2, 3.3, 3.4 показаны пик и кольца, принадлежащие кремнию и платине соответственно, со значениями d. Фаза аморфного углерода достоверно не выявляется из-за большого количества отражений от прилегающих к наностолбикам материалов.

На основании электронномикроскопического исследования наностолбиков, выращенных на поверхности подложки без использования катализаторов можно сделать вывод о том, что их высота принимает значение около 160 нм. Анализ наностолбиков по высоте позволил выявить изменение их форм. Исследуемая структура наностолбиков главным образом состоит из аморфного материала с наличием фрагментов упорядочений в расположении атомов в некоторых областях. Значения величин межплоскостных расстояний в структуре характерны для пиролитического углерода [3].

[1] Schaffer, M., Schaffer, B., Ramasse, Q., Ultramicroscopy, **114**, 62 (2012).

[2] Labar Janos L., Microsc. Microanal., **14**, 287 (2008).

[3] Oberlin,A., Review, **40**, 7 (2002).

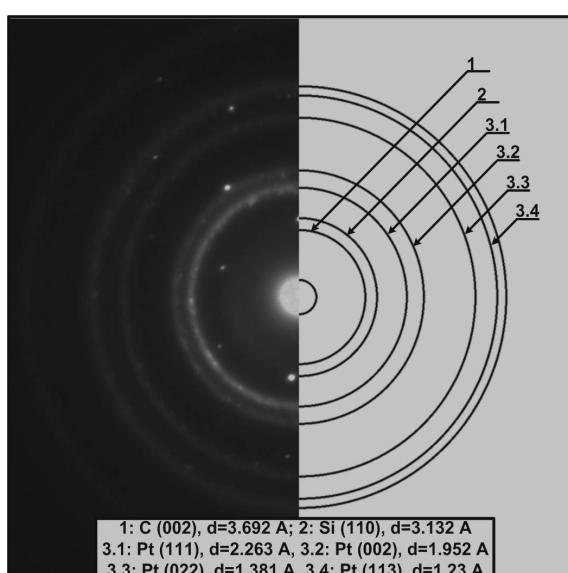


Рис. 5. Электронограмма от наностолбиков, выращенных на кремниевой подложке и накрытых защитным слоем платины

# Оценка влияния условий выращивания кристаллов гексагидрата сульфата калия-cobальта на их структурное совершенство и функциональные свойства

**Дятлова Н.А., Маноменова В.Л., Гребенев В.В., Волошин А.Э.**

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки*

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова*

*Российской академии наук,*

*Российская Федерация, 119333, г. Москва, Ленинский пр., 59*

*[missDyatlova@gmail.com](mailto:missDyatlova@gmail.com)*

Кристалл гексагидрата сульфата калия-кобальта (KCSH) может быть использован в качестве фильтра УФ-диапазона в приборах солнечно-слепой технологии. В связи с этим, представляется интерес изучение свойств данного кристалла и влияния на них условий роста.

Была исследована зависимость скорости роста грани (110) кристалла KCSH от пересыщения раствора. Полученная кинетическая кривая, аналогично кристаллам KDP [1], имеет “мертвую зону” при малых пересыщениях: в интервале от 1,4 до 1,8 % происходил резкий скачок скорости роста грани (110) кристалла, тогда как при значениях пересыщения ниже 1,4% рост кристалла практически не наблюдался (рис. 1). Из кривой зависимости скорости роста от пересыщения видно, что выращивание кристаллов KCSH при значении пересыщения до 1,8% приводит к тому, что незначительное изменение пересыщения вызывает сильные изменения скорости роста. Для более стабильного роста кристалла нужно его производить при  $\sigma > 1,8\%$ .

Методом проекционной рентгеновской топографии была исследована дефектная структура кристаллов KCSH, выращенных при пересыщении 1,6 % (рис. 2) и 3,0% (рис. 3). В первом случае полученная топограмма указывает на образование и движение

макроступеней. Об этом говорит образование многочисленных цепочек включений, являющихся источниками дислокаций. Об этом же свидетельствует и изгиб дислокаций [2].

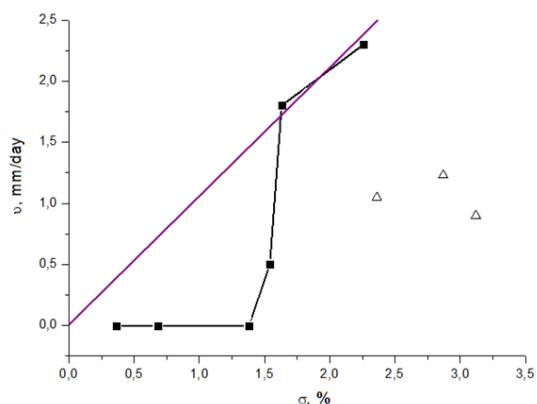


Рис. 1. Зависимость нормальной скорости роста грани (110) кристалла KCSH от пересыщения

Структурное совершенство второго кристалла намного выше. Дислокации, которые генерируются включениями - прямые, сами включения находятся вблизи секториальной границы. Режим роста второго кристалла более предпочтителен по сравнению с первым. В обоих случаях отсутствуют зонарная и секториальная неоднородность, плотность дислокаций  $< 10^2 \text{ см}^{-2}$

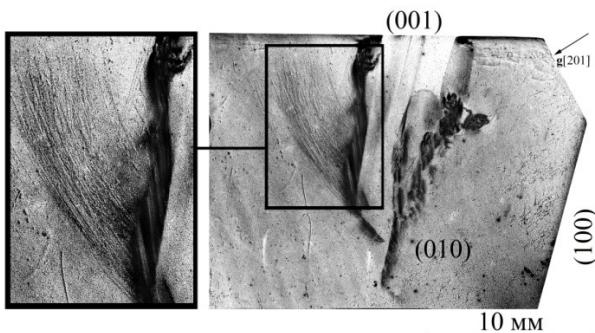


Рис. 2. Рентгеновская топограмма кристалла KCSH, выращенного при  $\sigma=1,6\%$

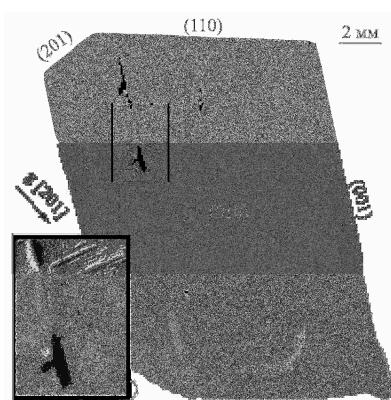


Рис. 3. Рентгеновская топограмма кристалла KCSH, выращенного при  $\sigma=3\%$

Поскольку кристаллы, выращенные при  $\sigma=3,0\%$ , оказались более совершенными, а также на основании полученной кинетической кривой можно сделать вывод о том, что рост кристаллов KCSH предпочтительнее проводить при пересыщении выше 1,8%. При соответствующей очистке растворов возможна разработка методики скоростного роста этих кристаллов [1].

Исследование спектральных характеристик кристаллов KCSH в интервале

200-900 нм показало, что данные кристаллы имеют две полосы пропускания: от 200 до 400 нм и от 400 до 900 нм. Именно отсутствие пропускания в интервале 400-600 нм позволяют эффективно использовать эти кристаллы в качестве фильтров УФ-диапазона.

Для изучения влияния pH раствора на характер спектров пропускания выращена серия кристаллов KCSH при значениях pH в диапазоне 1,1-4,3 с шагом pH=0,4. Обнаружено, что кристаллы, выращенные из раствора с pH=2,3, имеют самое высокое пропускание в УФ-области спектра. Поскольку не было замечено зависимости растворимости кристаллов KCSH от значения pH раствора, но кристаллы, выращенные при различных pH, имеют различное пропускание, можно предположить, что pH влияет на состояние примеси в растворе. То есть при пониженных значениях pH примесь находится в таком состоянии, что блокирует изломы при росте кристалла, что в дальнейшем приводит к образованию включений.

Работа выполнена в рамках Программы 3.8 фундаментальных исследований ОФН РАН «Фундаментальные проблемы фотоники и физика новых оптических материалов».

[1] KDP Family Single Crystals. Rashkovich L. N. Bristol, Philadelphia and New York: Adam Hilger, 1991. P. 202.

[2] I.L.Smolsky, E.B.Rudneva. // Phys. st. sol. (a), 1994

# COHERENT HIGH RESOLUTION X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE FOR STRUCTURED OBJECTS BASED ON REFRACTIVE OPTICS

P. Ershov<sup>1,2</sup>, S. Kuznetsov<sup>3</sup>, I. Snigireva<sup>1</sup>, V. Yunkin<sup>3</sup>, A. Goikhman<sup>2</sup> and A. Snigirev<sup>1</sup>

<sup>1</sup>European Synchrotron Radiation Facility,  
Grenoble, France, 38043;

<sup>2</sup>Research and education center of Immanuel Kant  
Baltic Federal University, Kaliningrad, Russia,  
236000;

<sup>3</sup>Institute of Microelectronics Technology of Russian  
Academy of Science, Chernogolovka, Moscow  
region, Russia, 142432

email: fofan89@gmail.com

Modern techniques of phase contrast imaging [1], diffraction microtomography [2] and diffraction topography [3 - 5] in hard X-ray (10 – 20 keV) range allow investigate practically transparent objects in spite of very small refraction and negligible absorption. Refraction contrast becomes possible while we are using high-intensity, well-collimated, low-divergence and high-level monochromatic beams and is caused by Fresnel diffraction of the transmitted wave. The information obtained from registered diffraction patterns is sometimes deficient in the local diagnostics of microobjects. But it is possible to obtain additional quantitative information using the so-called Fourier transform analysis. The term Fourier transform can refer to the process that transforms the wave transmitted through the object of interest into the intensity distribution at the observation plane. In this case one could obtain the modulus of the Fourier spectrum of the transmitted wave and retrieve the unknown phase of the transmitted wave by using well-known phase reconstruction algorithms.

The third-generation synchrotrons together with a refractive optics have opened up new possibilities in the observation of the object transmission function Fourier spectrum. Apart from the excellent microfocusing and imaging applications, one of the most notable and useful properties of compound refractive lenses (CRL) is its intrinsic ability to perform one or two dimensional Fourier transforms[6]. This operation can be performed with extreme simplicity in a

coherent optical system. Modern third generation synchrotron radiation sources, such as the ESRF, and X-ray compound refractive lenses make it possible to create coherent optical system, where X-ray illumination is monochromatic and all optical components are linear in complex amplitude. The distribution of light amplitude across a back focal plane of the positive lens is of interest since it represents Fourier-transformed information of the object complex amplitude transmittance. Back focal plane is defined as a plane normal to the lens axis situated a distance  $f$  behind the lens in the direction of propagation of light. These properties in the case of hard X-rays has been demonstrated theoretically [7] and experimentally [8, 9]. Recently it has been shown that the small angle diffraction setup with CRL as a Fourier analyzer has the microradian angular resolution. This new technique has been applied for studies of colloidal and photonic crystals [10].

X-ray refractive lenses are well suited for the Fourier transform analysis made by converging lens in the hard X-ray energy range from 2 to 100 keV since they are simple in use and provide a stable in-line setup. Except the opportunity to carry out 1-D Fourier transform it's possible to carry out 2-D Fourier transform of the incident wave front simply by choosing of the X-ray lens type: linear-focus or point-focus. In this case we can visualize reciprocal space of the studied structure in two dimensions. From the time of the first successful demonstration [6] of this type of optics for focusing a synchrotron radiation beam delivered by the third generation X-ray sources X-ray refractive lenses are under extensive development. Nowadays X-ray refractive lenses have shown excellent focusing and imaging properties, allows microbeam resolution of a micro- and nanometer lateral size, collimation better than 1 micro-radian, and can withstand high heat load.

The experiments were conducted at the ESRF beamlines BM5 and ID6. The Optics beamline BM5 is a general purpose beamline on a bending magnet with a high resolution triple-crystal diffractometer positioned about 40 m downstream along the beam. The beamline ID6 is a beamline on an undulator with a micro-optics positioned about 50 m downstream along the beam. The 16.5 keV X-ray energy (wavelength  $\lambda = 0.75 \text{ \AA}$ ) was selected by a single crystal Si (111) monochromator. The distance between sample and detector can be varied up to few meters. Two types of samples were studied in Bragg geometry: a grating made of profiling of a Si crystal and a grating made of strips of a thin SiO<sub>2</sub> film on a Si substrate with period  $A = 3.75 \mu\text{m}$ .

The Fourier transform was performed by the silicon planar parabolic lens with the following parameters: radius of curvature  $R_c = 14.65 \mu\text{m}$ , number of individual lenses  $N = 3$ , bridge spacing between individual lenses  $b = 5 \mu\text{m}$ , lens full aperture  $A = 500 \mu\text{m}$ . At the energy  $E = 16.5 \text{ keV}$  this lens has effective aperture  $A_{\text{eff}} = 130 \mu\text{m}$ , intensity transmission  $T = 17.5\%$ , and diffraction limited resolution  $\sigma \approx 0.5 \mu\text{m}$ . In the experimental conditions the size of the focal spot is mainly defined by the source-size projection and is about  $\sigma \approx 2.7 \mu\text{m}$ .

In the experiment we use Si(111) Bragg reflection at angle  $\theta_b = 6.88^\circ$  and so that we change the direction of the beam (Fig. 1). From this circumstance it is better to use the Fourier transform setup, where the object is placed behind the lens at a finite distance  $d$  from the focal plane and CCD camera placed in the CRL back focal plane, since here it is not necessary to adjust the lens position in the case of sample rotation (deviation from the Bragg angle of diffraction).

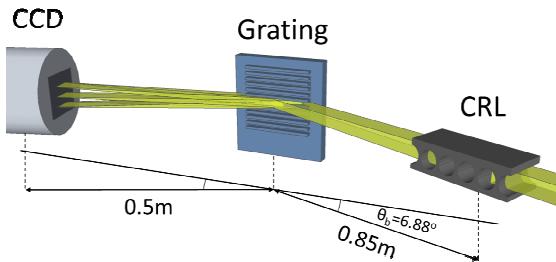


Fig.1. Scheme of an experiment

For profiled Si with relief depth  $h = 1.28 \mu\text{m}$  the rocking curve and several corresponding cross-sections of recorded Fourier patterns are shown in Fig.2.

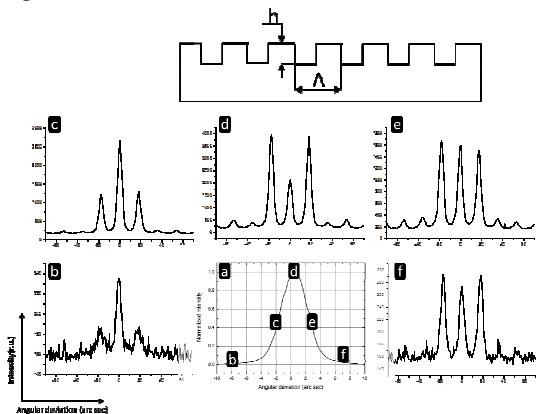


Fig.2. Si profiled gratings(on top) and rocking curve (a) with corresponding cross-sections(b,c,d,e,f)

For a grating made of strips of a thin  $\text{SiO}_2$  film on a Si substrate with relief depth  $h = 1.15 \mu\text{m}$  the rocking curve and several corresponding cross-sections of recorded Fourier patterns are shown in Fig.3.

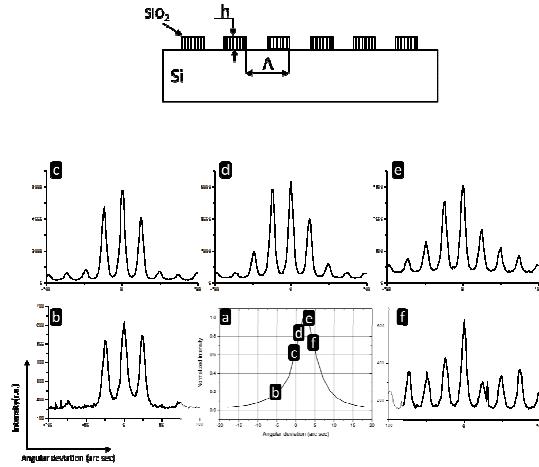


Fig.3.  $\text{SiO}_2$  gratings on a Si substrate (on top) and rocking curve (a) with corresponding cross-sections(b,c,d,e,f)

Period of fringes for both samples were  $T = \lambda d / \Lambda = 17 \mu\text{m}$  as predicted from the classical diffraction theory.

Also for both samples were performed numerical simulations of Fourier pattern based on the models of wavefront phase modulation by structured crystals [5]. According to the theoretical estimates for Fourier transform high resolution diffraction minimal resolvable(for image contrast  $\sim 5\%$ ) mean value deformation is about  $\Delta d/d \sim 10^{-5}$  and minimal profile depth  $h \sim 0.12 \mu\text{m}$ .

## Conclusion

The proposed X-ray diffraction technique, based on Fourier transform property of a converging refractive lens, gives us the Fourier spectrum of the transmitted through the object wave and in addition the rocking technique allows to obtain more detailed information on the intrinsic structure of the investigated object. The numerical analysis of experimental rocking curve Fourier-image mapping allows reducing significantly the ambiguity in the object local diagnostics.

Two main characteristics of the periodical object can be analyzed without simulation: first is the periodicity which is associated with a high frequency component of the observed Fourier transform pattern and second is the grating profile which is associated with a low frequency component (an envelope) of the observed pattern. The differences in the amplitude-phase modulation

produced by Si and SiO<sub>2</sub> gratings have been proven in the low frequency component.

The main feature of the X-ray Fourier transform by a refractive optics in Bragg geometry is the angular dependence of the observation pattern which is related to the Bragg reflection conditions. It means that one could use this angular selection to resolve periodical object specific crystal structure features.

The advantages of high resolution Fourier transform diffraction technique in comparison to conventional triple-crystal diffraction are: the potentiality to observe a dynamic process like surface acoustic waves [11], the possibility to minimize the requirements of the scheme stability and the ability to quickly change the setup to a diffraction microscopy regime. But it should be emphasized that the Fourier transform diffraction technique based on refractive optics will be complementary to triple-crystal diffractometry methods.

This technique could be used to design an X-ray diffraction microscope similar to transmission electron microscope where both electron microscope images (information in real space) and diffraction patterns (information in reciprocal space) for the same region can be observed.

- [9] Petukhov, A. V., Thijssen, J. H. J., Hart, D. C. T., Imhof, A., Van Blaaderen, A., Dolbnya, I. P., Snigirev, A., Moussaid, A., Snigireva, I., *J. Appl. Cryst.*, **39**, 137-144 (2006).
- [10] Bosak, A., Snigireva, I., Napolskii, K. and Snigirev, A., *Adv. Mater.*, **22**, 3256–3259 (2010).
- [11] Roshchupkin, D., Irzhak, D., Snigirev, A., Snigireva, I., Ortega., L. and Sergeev, A., "Diffraction of a focused x-ray beam from La<sub>3</sub>Ga<sub>5</sub>SiO<sub>14</sub> crystal modulated by surface acoustic waves", *Journal of Applied Physics*, **110**, 124902 (2011).

- [1] Snigirev, A., Snigireva, I. Kohn, V., Kuznetsov S. and Shelokov I., *Review of Scientific Instruments*, **66**, p.5486-5492 (1995).
- [2] Hartman, Y., Kohn, V., Kuznetsov, S., Snigirev A. and Snigireva I., *IL NUOVO CIMENTO*, **019 D** p.571-576 (1997).
- [3] Hu, Z.H., Thomas, P.A., Snigirev, A., Snigireva, I., Souvorov, A., Smith, P.G.R., Ross, G.W., Teat, S., *Nature*, **392**, 690 (1998).
- [4] Drakopoulos, M., Hu, Z.H., Kuznetsov, S., Snigirev, A., Snigireva, I. and Thomas, P.A., *Journal of Physics D: Applied Physics*, **32**, pp.160-165 (1999).
- [5] Kuznetsov, S., Snigireva, I., Souvorov A. and Snigirev, A., *Physica Status Solidi (a)*, **172**, pp.3-13 (1999)
- [6] Snigirev, A., Kohn, V., Snigireva, I. and Lengeler , B., *Nature*, vol. **384**, 49-51 (1996).
- [7] Kohn, V., Snigireva, I., Snigirev, A., *Optics Communications*, vol. **216**, 247-260 (2003).
- [8] Drakopoulos, M., Snigirev, A., Snigireva, I., Schilling, J., *Applied Physics Letters*, **86**, 014102 (2005).

## Modern Science at Free Electron Lasers

O. M. Yefanov<sup>1</sup> Barty A.<sup>1</sup>, Chapman H. N.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Center for Free-Electron Laser Science at DESY, Notkestr. 85, D-22607 Hamburg, Germany  
oleksandr.yefanov@desy.de

X-ray Free Electron Lasers (XFELs) are new x-ray generating facilities [1] with outstanding brilliance which open the areas of research that were previously inaccessible. Four FELs are already operating in Germany (Flash) and USA (LCLS), Japan (SCSS) and Italy (Elettra/Trieste). The most powerful FEL, the European XFEL, is still under construction in Germany.

These modern facilities can be used in many branches of modern science: physics, biology, chemistry, material science, environmental studies and even in art. Using the X-ray flashes of XFELs, it will be possible to map the structure of viruses, decipher the molecular composition of cells, take 3D images of the nanoworld, film chemical reactions and study processes such as those occurring deep inside planets [2].

The lecture will cover the properties of the modern x-ray facilities and the examples of recent scientific researches that are performed at those facilities. The recent examples of successful application of FELs are: serial femto-second crystallography [3,4] (Fig. 1), structure determination of individual viruses [5] (Fig. 2), study of the interaction between very intensive x-ray beam and matter [6] (Fig. 3) as well as radiation damage study and others.

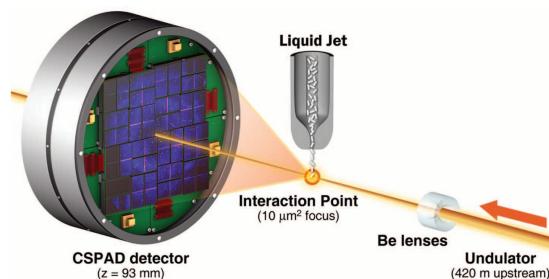


Fig. 1. Serial fs crystallography [4]

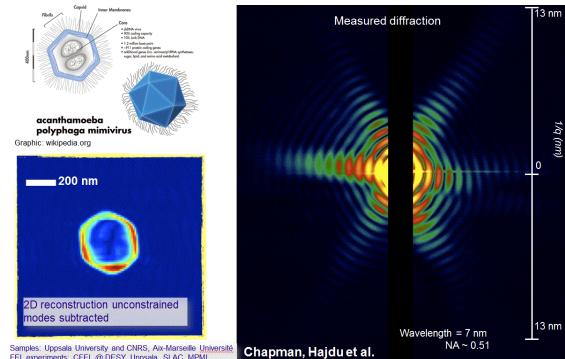


Fig. 2. Diffraction pattern and corresponding reconstruction of a single Mimivirus.

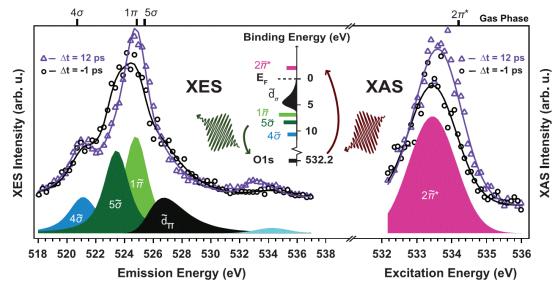


Fig. 3. Surface bond breaking under XFEL illumination [6].

- [1] P. Emma et al., Nat. Photonics 4, 641 (2010)
- [2] [www.xfel.eu](http://www.xfel.eu)
- [3] H. N. Chapman et al., Nature 470, 73 (2011)
- [4] S. Boutet et al., Science 337, 362 (2012)
- [5] M. Seibert et al., Nature 470, 78 (2011)
- [6] M. Dell'Angela et al., Science 339, 1303 (2013)

# СТРУКТУРА ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА, ПОЛУЧЕННЫХ РЕАКТИВНЫМ ВЧ МАГНЕТРОННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ С ИОННОЙ ОБРАБОТКОЙ В ПРОЦЕССЕ КОНДЕНСАЦИИ

Р.М. Закирова, П.Н. Крылов, И.А. Суворов, И.В. Федотова

ФГБОУ ВПО «Удмуртский государственный университет» 426034, Россия, г. Ижевск, ул. Университетская, 1 (корп. 4), ftt@udsu.ru

Оксид цинка ZnO является прямозонным полупроводником, входящим в группу соединений  $A^2B^6$ . Ширина его запрещенной зоны при 300 К составляет ~3,3 эВ. Благодаря химической инертности, временной стабильности, устойчивости к атмосферному воздействию и относительной дешевизне пленки ZnO применяются в качестве низкоомных прозрачных в видимой и ближней инфракрасной (ИК) областях спектра покрытий.

Физические свойства пленок решающим образом определяются условиями их роста. Этим обстоятельством объясняются активные исследования пленок ZnO, полученных различными методами: импульсным лазерным испарением, испарением электронным лучом, газофазным осаждением, молекулярной эпитаксией. Особое внимание в последние годы уделяется процессам, в которых возможна модификация свойств получаемых пленок. Согласно литературным данным модификация свойств материалов имеет место в условиях бомбардировки растущей пленки энергетическими частицами плазмы. В частности, наблюдается увеличение прочности и адгезии получаемых в условиях бомбардировки покрытий. Большой интерес представляет осаждение пленок ZnO с требуемыми структурой и уровнем легирования с помощью различных модификаций метода магнетронного распыления, допускающего сравнительно простое управление параметрами технологического процесса. Сочетание магнетронного распыления с различными видами обработок открывает новые технологические возможности для модификации свойств материалов.

В работе исследовалось тонкие пленки модифицированного оксида цинка ZnO, полученные ВЧ магнетронного распыления мишени цинка (99,99%) в кислородно-argonовой среде на модернизированной установке на базе вакуумного поста УРМ 3.279.029.

Изменениям не подвергалась двухступенчатая система откачки, позволяющая достигать предельный вакуум в камере  $1 \cdot 10^{-3}$  Па. Вакуумная камера поста была полностью модернизирована, в результате стало возможно проведение процессов ВЧ магнетронного напыления и ионной обработки поверхности подложек в едином цикле.

В разработанном подколпачном устройстве вертикально расположенные алюминиевые подложодержатели с помощью двигателя и планетарного механизма (карусели) могут

вращаться с регулируемой скоростью, проходя поочередно области конденсации и области обработки ионами, либо подводиться к источнику ионов и магнетрону. Во время проведения процесса можно также регулировать температуру подложек с помощью нагревателей. Напуск газов в систему осуществляется через источник ионов и регулируется натекателями. Для наблюдения за процессом напыления и ионно-лучевой обработки имеется смотровое окно.

При получении пленок оксида цинка давление в камере поддерживалось постоянным –  $2,5 \cdot 10^{-1}$  Па. Время нанесения пленок составляло 4 часа. Мощность ВЧ-магнетрона была 300 Вт. Часть пленок была получена без ионной обработки в процессе роста. При этом изменяемым параметром была температура подложек (20, 50, 100 и 200°C). Часть пленок была получена с ионной обработкой (ток ионной обработки варьировался с шагом 20 мА от 30 до 70 мА, температура подложек была постоянной – 200°C). Пленки получали на стеклянных подложках.

Кристаллическую структуру тонких пленок оксида цинка исследовали на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-3 в Fe-K $\alpha$  излучении в диапазоне брэгговских углов  $2\theta$  от 20 до 100° с шагом  $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$  и временем набора импульсов в точке 5 с. Размеры ОКР оценивали по формуле Селякова-Шеррера.

Дифрактограммы исследуемых пленок (рис. 1, 2) имеют сильный (0002) и слабый (0004) дифракционные максимумы гексагонального ZnO (JCPDS № 36-1451).

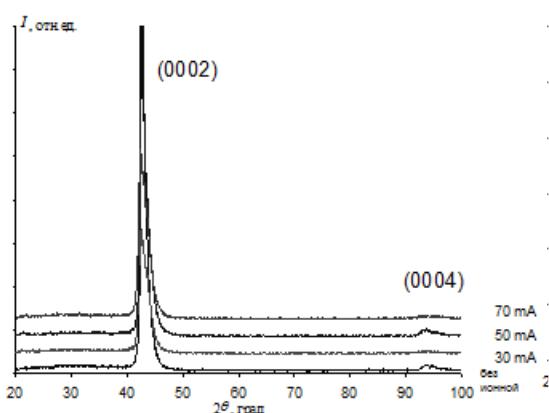


Рис.1. Дифрактограммы тонких пленок ZnO, полученных при разном токе ионной обработки (температура подложек 200°C)

Наличие первого (0002) и второго (0004) отражения говорит о высоком структурном совершенстве пленок и выделенной осевой текстуре вдоль оси  $c$ , перпендикулярной поверхности подложки.

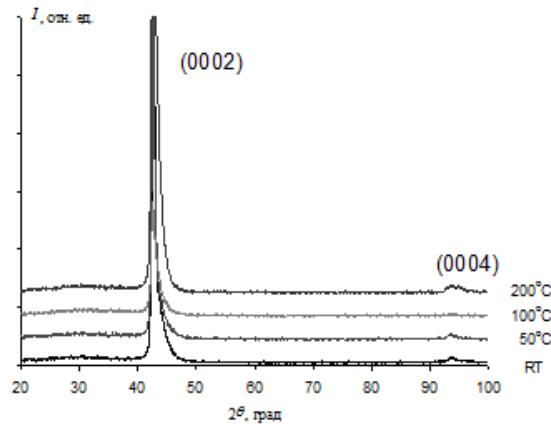


Рис.2. Дифрактограммы тонких пленок ZnO, полученных без ионной обработки при разных температурах подложек

В зависимости от условий получения наблюдается различное смещение дифракционных максимумов. С увеличением температуры подложки дифракционные максимумы сдвигаются в сторону меньших углов (рис. 3) практически на одно и то же значение. Происходящее при этом увеличение межплоскостного расстояния обусловлено, по-видимому, в первую очередь растяивающими упругими напряжениями. При этом происходит уменьшение размеров ОКР от 26 нм до 14 нм. Следует отметить незначительный минимум в пределах погрешности определения ОКР при температуре 100°C - 12 нм и уменьшение при данной температуре (0004) дифракционного максимума (рис. 2).

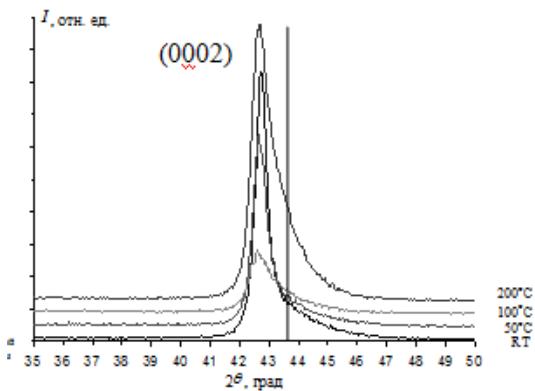


Рис.3. Положение (0002) максимума тонких ZnO пленок, полученных без ионной обработки при разных температурах подложек. Вертикальная линия соответствует табличному значению (JCPDS № 36-1451)

Так же как и температура подложек, ионная обработка влияет на размеры ОКР и положения дифракционных максимумов. При токе ионной

обработки 30 мА размеры ОКР достигают 6 нм, ток ионной обработки 50 мА приводит к росту ОКР до 16 нм. Дальнейшее увеличение тока обработки (70 мА) вновь приводит к уменьшению ОКР до 6 нм. Дифракционные максимумы (0004) при 30 мА и 70 мА (рис. 1) минимальны. Дифракционный максимум (0002) (рис. 4) пленок ZnO, полученных при ионной обработке с током 50 мА, находится при больших углах, чем при обработке с током 30 мА и 70 мА.

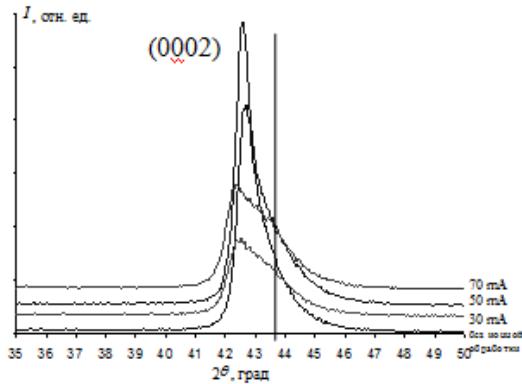


Рис.4. Положение (0002) максимума тонких ZnO пленок, полученных при разном токе ионной обработки (температура подложек 200°C), Вертикальная линия соответствует табличному значению (JCPDS № 36-1451)

В работе [1] исследовали пленки оксида цинка, синтезированные в низкотемпературном плазменном разряде в условиях бомбардировки компонентами плазмы. Отмечено, что изменение межплоскостного расстояния по кристаллографической оси  $c$  зависит от давления в камере: с уменьшением давления дифракционный максимум смещается в сторону меньших углов. Показано влияние динамики изменения энергии бомбардировки на изменения межплоскостного расстояния, показателя преломления и ширины запрещенной зоны. Изменения свойств получаемых пленок связали с интенсивностью плазменной бомбардировки. Высказано мнение, что энергия бомбардирующих частиц активирует синтез и является альтернативой классической температурной активации.

Таким образом, ионная обработка в процессе ВЧ магнетронного распыления мишени цинка (99,99%) в кислородно-аргоновой среде влияет на структуру пленок оксида цинка; меняя ток ионной обработки и температуру подложек можно управлять параметрами пленок.

Работа частично поддержана грантами РФФИ (№ 12-07-00562) и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» (№ 14.132.21.1760).

[1]. Сердобинцев А.А., Веселов А.Г., Кирикова О.А. Физика. Техника. Производство. 2008. Т. 42, вып. 4. С. 496-499.

## OPTICAL PROPERTIES OF *I/NaA* NANOCOMPOSITES

M. Ivanova<sup>1</sup>, M. Prokhorenko<sup>1</sup>, V. Solovyev<sup>1</sup>, S. Trifonov<sup>1</sup>, V. Veisman<sup>1</sup>,  
V. Gerbreder<sup>2</sup>, A. Ogurcov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pskov State University, Lenin Square 2, Pskov 180000, Russia

<sup>2</sup>Daugavpils University, Parades 1, Daugavpils LV5401, Latvia

E-mail: [mikadora@yandex.ru](mailto:mikadora@yandex.ru)

In the last decades regular porous dielectric matrices (e.g., zeolites and opals) have attracted considerable attention of physicists [1-3] due to their applications for novel nanocomposite materials with unique physical properties.

Physical properties of *I/AFI* nanocomposite (i.e. iodine guest substance inside zeolite-like *AFI* nanoporous host matrix) were primarily studied by optical and electrical methods [4-6].

In this work, novel nanocomposite material *I/NaA* was prepared by infiltration of three-dimensional system of voids and channels of synthetic zeolite type *A* porous host matrix with iodine guest substance from vapour phase. The framework of zeolite *NaA* [7] contains supercages and sodalite cages with inner diameters of 1.14 nm and 0.66 nm, respectively (fig. 1).

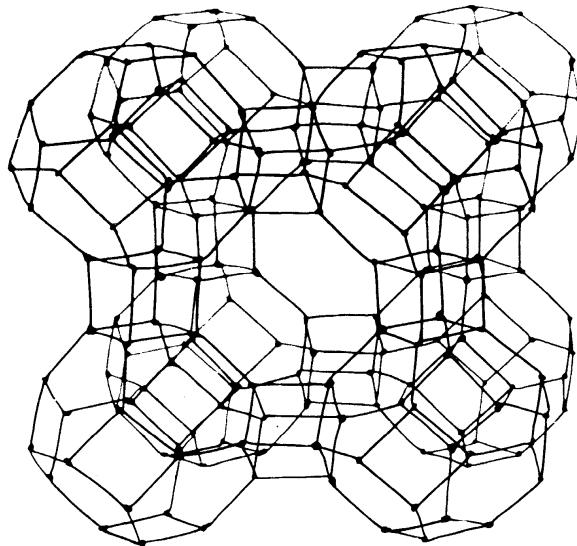
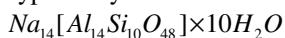


Fig. 1. Framework of zeolite type A [3].

Figure 2 shows a typical scanning electron microscopy (SEM) image, obtained with a VEGA // LMU TESCAN electron microscope, of the *I/NaA* nanocomposite powder sample. No traces of iodine guest substance were found on the sample surface; zeolite crystal sizes ranging from 1 micron up to 10 microns. The unit cell formula of the synthetic zeolite type *A* crystal was determined as



by using the INCA x-act detector. Iodine loading density (approximately 2 atoms per unit cell for low-loaded light brown crystals) was controlled by measuring the characteristic L-shell X-ray intensity.

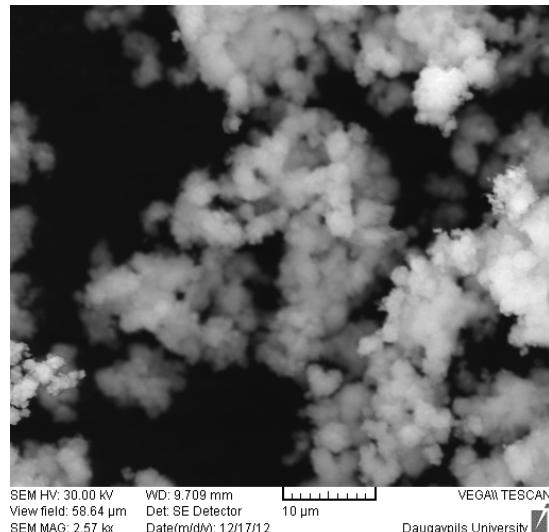


Fig. 2. SEM image of *I/NaA* nanocomposite.

In contrast with the pronounced optical anisotropy of *I/AFI* nanocomposites [4-6] in transmitted light with two perpendicular directions of incident polarization, we did not find any light absorption anisotropy of *I/NaA* single crystals under polarized optical microscope. This difference is obviously due to formation of quasi one-dimensional iodine chains inside *AFI* parallel channels and isotropic distribution of iodine species inside three-dimensional system of voids and channels of zeolite type *A* nanoporous host matrix.

The diffuse reflectances of the powdered samples  $R_d = f(\lambda)$  were determined by the standard method in the spectral range from 220 nm to 1200 nm. Magnesium oxide served as a reference sample. The measured reflectances  $R_d(\lambda)$  were converted into the values of the Gurevič – Kubelka – Munk function, which describes the optical absorption of the sample in relative units [8, 9]:

$$F(R_d) = \frac{(1-R_d)^2}{2R_d}.$$

The calculated optical absorption spectra of the *NaA* initial zeolite, bulk iodine, and *I/NaA* nanocomposite are depicted in figure 3. It can be seen from curve 1 that the zeolite host matrix is transparent in the studied spectral range. The absorption edge of the massive iodine is observed at 982 nm (curve 2). This agrees with the electronic band gap of the crystalline iodine ( $E_g = 1.25$  eV). However, the absorption spectrum of the *I/NaA*

nanocomposite (curve 3) is shifted toward the ultraviolet range and demonstrates three absorption bands near 300 nm, 360 nm and 460 nm. These maxima correlate with the absorption spectrum of molecular iodine possessing three lines at 285-

288 nm, 350-360 nm and 450-460 nm [10], as well as with the absorption spectra of iodine species in *I/AFI* nanocomposite [5] and with those of V - centres in alkali iodide crystals [10].

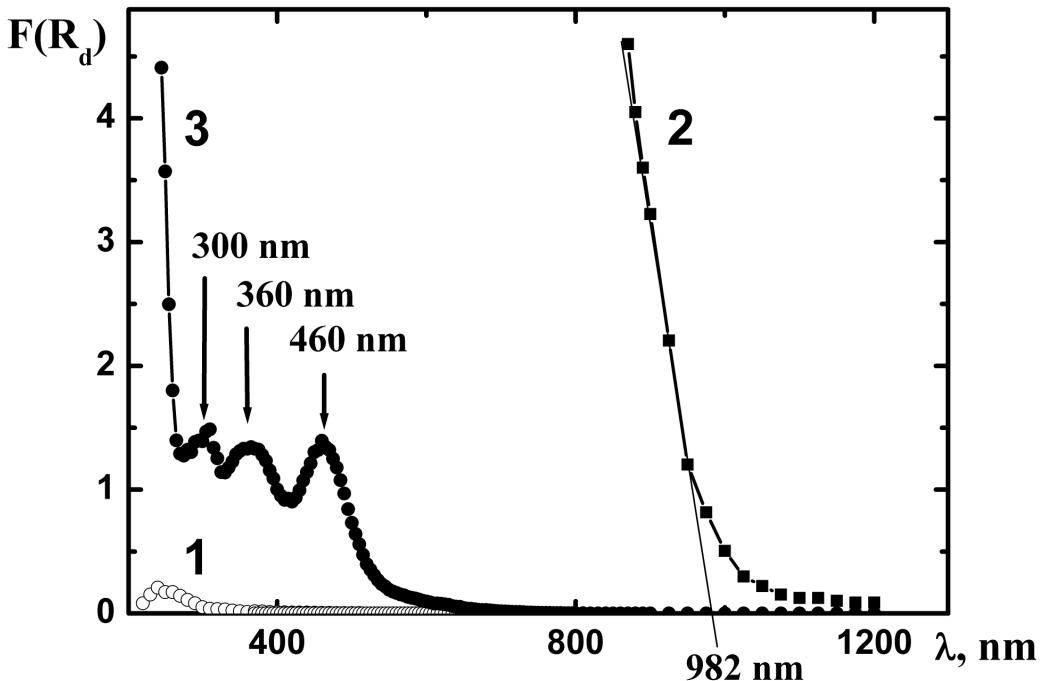


Fig. 3. Graphs of Gurevič – Kubelka – Munk functions  $F(R_d) = \frac{(1-R_d)^2}{2R_d}$  extracted from the diffuse reflectance spectra for the (1) *NaA* zeolite, (2) bulk iodine, and (3) *I/NaA* nanocomposite.

The authors are grateful to G. Cema for help in sample preparation. This work was supported by the Ministry of Education and Science of Russian Federation according to the program “Development of Scientific Potential of Higher Educational Institutions”.

[1] Bogomolov, V. N. Sov. Phys. Usp., **21**, 77 (1978).

[2] Kumzerov, Y., Vakhrushev, S. In Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology / Editor Nalwa, H. S. American Scientific Publishers, 2004. Vol. VII. P. 811–849.

[3] Solovyev, V. G., Ivanova, M. S., Pan'kova, S. V., Trifonov, S. V., Veisman, V. L. In Handbook of Zeolites: Structure, Properties and Applications / Editor Wong, T. W. New York: Nova Science Publishers, 2009. Chapter 5. P. 77–99.

[4] Ye, J. T., Tang, Z. K., Siu, G. G. Appl. Phys. Lett., **88**, 073114 (2006).

[5] Ye, J. T. Fabrication and optical characterization of nanostructures formed inside zeolite single crystals. PhD Thesis, Hong Kong, 2006. 163 p.

[6] Trifonov, S. V., Vanin, A. I., Veisman, V. L., Gango, S. E., Kondratyeva, M. N., Solovyev, V. G. Nanotechnics, **2** (26), 78 (2011).

[7] Breck, D.W., Zeolite Molecular Sieves. New York: Wiley, 1974.

[8] Gurevič, M. Phys. Zs., **31**, 753 (1930).

[9] Kubelka, P., Munk, F. Z. für techn. Phys., **12**, 593 (1931).

[10] Uchida, Y., Nakai, Y. and Tomotika, T. Journ. Opt. Soc. Amer., **47**, 246 (1957).

# Рентгеновское исследование полупроводниковых эпитаксиальных пленок в процессе их роста: Молекулярно-лучевая эпитаксия *in vivo*

В.М.Каганер

Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия

Молекулярно-лучевая эпитаксия дает возможность выращивать пленки различных материалов с точностью в доли атомных слоев. Исследование структуры такие пленок является самым распространенным приложением для рентгеновской дифракции высокого разрешения. Процесс роста пленок тоже может изучаться с помощью рентгеновской дифракции. Для этого Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде построил на синхротроне BESSY в Берлине специальную станцию, в которой установка молекулярно-лучевой эпитаксии встроена в шестикружный дифрактометр предназначенный для экспериментов по поверхностной рентгеновской дифракции [1]. Хотя синхротрон BESSY не принадлежит к самым мощным, его возможностей достаточно чтобы наблюдать за процессом роста в том масштабе времени который используется при росте эпитаксиальных пленок. Наиболее существенна возможность иметь стационарную установку молекулярно-лучевой эпитаксии и поддерживать в ней уровень чистоты и высокий вакуум необходимый для эпитаксиального роста.

Наилучшее качество эпитаксиальных пленок достигается, когда атомные слои наносятся один за другим (layer-by-layer growth). Для того чтобы наблюдать такой рост с помощью рентгеновской дифракции, нужно, чтобы соседние атомные слои оказались в противофазе. Это достигается выбором условий дифракции посередине между двумя разрешенными отражениями для данной кристаллической структуры. Рис. 1 демонстрирует послойный рост кристалла GaAs(001) в запрещенном отражении 130. Каждая осцилляция на кривой соответствует росту одного атомного слоя [2].

Реконструкция поверхности приводит к появлению рентгеновских пиков с дробными индексами. На рис. 1 показан рост того же самого кристалла в поверхностном отражении возникающем благодаря реконструкции GaAs(001) $\beta$ (2x4). Отсутствие интенсивности во время роста связано с тем что домены реконструкции меньше рентгеновской длины когерентности и происходит деструктивная интерференция дифрагированных волн. После того как поток Ga остановлен, происходит увеличение интенсивности, благодаря росту размеров доменов [3].

Восстановление поверхности происходит в две стадии, которые хорошо различаются на рентгеновских кривых. На первой, относительно короткой, стадии небольшие двумерные островки распадаются и атомы заполняют небольшие двумерные впадины на поверхности. Остается один частично заполненный слой атомов. На второй стадии происходит огрубление этого слоя (coarsening): большие двумерные островки растут за счет маленьких, которые рассасываются и питаются большими [4]. Однако зависимость размеров островков от времени, найденная в эксперименте, не описывается стандартными законами огрубления [5].

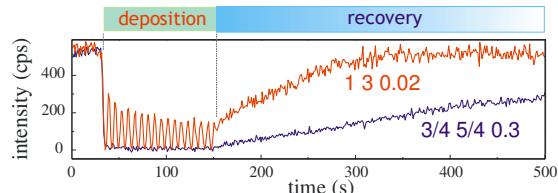


Рис. 1. Рентгеновская интенсивность в процессе роста кристалла GaAs(001) и восстановление поверхности после того как поток Ga остановлен.

Три полупроводниковых кристалла с одной и той же структурой GaAs, InAs, GaSb показывают похожий послойный рост с медленно убывающими осцилляциями, что свидетельствует о высокой мобильности атомов на поверхности во всех трех случаях. Однако восстановление поверхности после того как атомные потоки остановлены происходит по-разному: поверхность GaSb оказывается практически замороженной и не меняется длительное время [6].

Для гетероэпитаксиальных пленок, рентгеновская дифракция позволяет определить взаимное расположение двух кристаллических решеток с атомной точностью [7]. Для этого необходимо, в случае если расчет ведется в рамках динамической теории дифракции, правильно учесть относительные фазы Фурье-компонент поляризуемости двух кристаллов. Надо заметить, что все известные пакеты программ для расчета динамической дифракции не учитывают этого. При кинематическом расчете, учет относительного расположения всех атомов более очевиден. Поскольку для очень тонких пленок расчет рентгеновской дифракции нужно проводить для всех волновых векторов, в том числе посередине между

брэговскими пиками, сравнение динамического и кинематического расчетов становится актуальным. Оказывается, что между брэговскими пиками кинематический расчет точнее, так как при динамическом расчете разложение поляризуемости кристалла в ряд Фурье предполагает бесконечный кристалл. Когда кристалл обрывается поверхностью, эта поверхность заканчивается атомами при кинематическом расчете и обрывается на математической плоскости при динамическом расчете, тем самым часть электронной плотности атомов на поверхности оказывается обрезанной [8].

Гетероэпитаксиальный рост пленок  $\text{Fe}_3\text{Si}$  на подложке  $\text{GaAs}(001)$  оказался качественно другим, по сравнению с гомоэпитаксиальным ростом описанным выше. Ферромагнетик  $\text{Fe}_3\text{Si}$  и полупроводник  $\text{GaAs}$  имеют совпадающие параметры решетки. Их эпитаксиальная комбинация идеально подходит для того, чтобы инжектировать спин-ориентированный электрический ток в полупроводник, для будущих применений в спинтронике. Рост пленок начинается весьма неожиданным образом, см. рис. 2. Первоначально наблюдаются нерегулярные (но воспроизводимые) осцилляции рентгеновской интенсивности, и только после роста примерно 8 монослоев, они становятся более регулярными. Полностью регулярными они становятся только после отжига пленки. Мы показали, что сначала вырастают трехмерные островки, высотой по крайней мере 3 монослоя, а сплошная пленка появляется только после нанесения 8 монослоев. Первоначальный рост соответствует механизму Вольмера-Вебера, за счет того что поверхностная энергия у  $\text{Fe}_3\text{Si}$  больше чем у  $\text{GaAs}$ . Это подтверждается расчетом поверхностных энергий методом функционала плотности и расчетом кинетики роста методом Монте Карло [9].

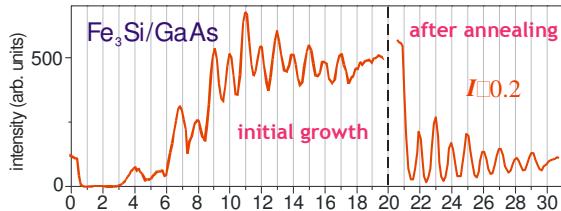


Рис. 2. Интенсивность рентгеновской дифракции в процессе роста пленок  $\text{Fe}_3\text{Si}$  на подложке  $\text{GaAs}(001)$ .

На начальной стадии роста эпитаксиальных пленок  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  на подложке  $\text{Si}(111)$  наблюдались иные процессы. Оксиды редкоземельных элементов имеют большую диэлектрическую проницаемость и рассматриваются в качестве потенциальной

замены двуокиси кремния в полупроводниковой технологии. Гадолиний расположен посередине в ряду редкоземельных элементов и его оксид имеет параметр решетки ровно вдвое больше, чем у кремния, так что эпитаксиальная пленка растет без пластической релаксации. На рис. 3 показаны crystal truncation rods 10L непрерывно измеряемые в процессе роста, и расчетные кривые. Из их сопоставления видно, что кристаллическая пленка возникает не сразу. Она начинает формироваться только после нанесения примерно двух монослоев, а после нанесения примерно четырех монослоев пленка окончательно приобретает структуру объемного кристалла [10].

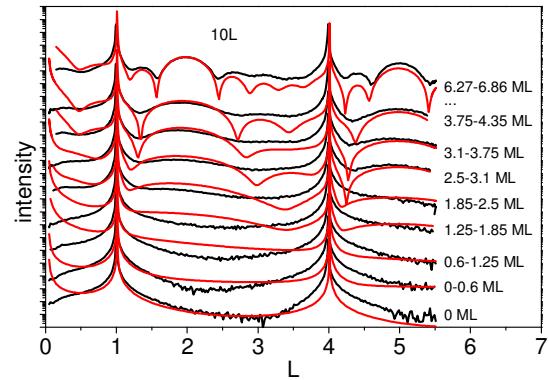


Рис. 3. Crystal truncation rods 10L измеренные в процессе роста эпитаксиальной пленки  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  на подложке  $\text{Si}(111)$ .

[1] B. Jenichen, W. Braun, V. M. Kaganer, A. G. Shtukenberg, L. Däweritz, C.-G. Schulz, K. H. Ploog, and A. Erko, Rev. Sci. Instrum. **74**, 1267 (2003).

[2] W. Braun, B. Jenichen, V. M. Kaganer, A. G. Shtukenberg, L. Däweritz, and K. H. Ploog, Surf. Sci. **525**, 126 (2003).

[3] V. M. Kaganer, W. Braun, B. Jenichen, L. Däweritz, and K. H. Ploog, Phys. Rev. Lett. **90**, 016101 (2003).

[4] V. M. Kaganer, W. Braun, B. Jenichen, K. H. Ploog, Surf. Sci. **560**, 88 (2004).

[5] W. Braun, V. M. Kaganer, B. Jenichen, and K. H. Ploog, Phys. Rev. B **69**, 165405 (2004).

[6] W. Braun, V. M. Kaganer, B. Jenichen, B. Tinkham, and K. H. Ploog, Z. Kristallogr. **220**, 225 (2005).

[7] V. M. Kaganer, B. Jenichen, R. Shayduk, and W. Braun, Phys. Rev. B **77**, 125325 (2008).

[8] V. M. Kaganer, Phys. Rev. B **75**, 245425 (2007).

[9] V. M. Kaganer, B. Jenichen, R. Shayduk, W. Braun, and H. Riechert, Phys. Rev. Lett. **102**, 016103 (2009).

[10] M. Hanke, V. M. Kaganer, O. Bierwagen, M. Niehle, and A. Trampert, Nanoscale Res. Letters **7**, 203 (2012).

# РЕНТГЕНОДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МАЛОУГЛОВЫХ ГРАНИЦ, ВОЗНИКАЮЩИХ В ГЕТЕРОСИСТЕМАХ GeSi/Si с ВИЦИНАЛЬНЫМИ ОРИЕНТАЦИЯМИ (001)

**А.В. Колесников, Е.М. Труханов, И.Д. Лошкарев, А.С. Ильин**

Институт физики полупроводников им. А.В.Ржанова СО РАН, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 13, Россия

*e-mail:* kolesn@isp.nsc.ru

В современной экспериментальной и технологической практике все чаще используются подложки с несингулярными ориентациями. Например, использование подложек, специально отклоненных на угол несколько градусов от плоскости (001), позволяет существенно снизить вероятность образования антифазных границ при росте слоев  $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$  на подложках Si [1]. В гетеросистемах с вицинальными ориентациями (001) возникают дополнительные искажения кристаллической решетки пленки: ее разворот и сдвиговая деформация.

Впервые явление разворота между решетками пленки и подложки наблюдал Нагай (Nagai) [2] на примере гетеросистемы InGaAs/GaAs с вицинальными ориентациями границы раздела (ГР) (001), которые получены поворотом вокруг кристаллографического направления  $<110>$ , принадлежащего поверхности. Нагай предложил модель, в которой явление разворота является следствием двух факторов: величины угла  $\alpha$  между вицинальной и сингулярной ориентациями, а также величины  $f$  – несоответствия между параметрами ячеек кристаллических решеток пленки и подложки в ненапряженном состоянии. Для определения угла разворота решеток пленки и подложки  $\beta$  Нагай предложил формулу:

$$\operatorname{tg}(2\beta) = \operatorname{tg}(\alpha) \cdot f \cdot \frac{1+\nu}{1-\nu} \quad (1)$$

Последующие исследования [3] показали, что модель Нагай справедлива только для псевдоморфных пленок, когда дислокации несоответствия полностью отсутствуют. В ходе дальнейшего развития этой модели авторами работ [4, 5] было получено следующее выражение:

$$\beta = \alpha \cdot \left[ f + \frac{\varepsilon \cdot 2\nu}{(1-\nu)} \right] + (f - \varepsilon) \cdot \frac{b_{\perp}}{b_{\parallel}} \quad (2)$$

Здесь  $\varepsilon$  – остаточная упругая деформация,  $\nu$  – коэффициент Пуассона,  $b_{\perp}$  и  $b_{\parallel}$  – проекции вектора Бюргерса на нормаль и на плоскость границы раздела, соответственно. Первое слагаемое описывает разворот по модели Нагай с учетом частичной пластической релаксации, а второе слагаемое – разворот, связанный с дислокациями несоответствия (ДН). Предполагается, что все параллельные ДН принадлежат одному семейству.

Однако данная модель не учитывает сдвиговые деформации, возникающие в эпитаксиальной пленке. Кроме того она позволяет оценить только максимально возможный разворот, создаваемый ДН.

Целью представленной работы было изучение влияния сеток ДН на деформационное состояние эпитаксиальной пленки.

Для определения с помощью рентгеновской дифрактометрии структурного состояния полупроводниковой эпитаксиальной гетеросистемы с несингулярной границей раздела и ненулевой пластической релаксацией нами [6] выполнено развитие идеи тетрагональной модели [7] и модели Нагай [2]. Модель [6] позволяет анализировать наиболее общий случай триклинических искажений кристаллической решетки эпитаксиальной пленки.

Исследования проводились на гетеросистемах  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ , выращенных на вицинальных ГР (001), полученных разворотом на  $6.2^\circ$  вокруг направления типа  $<110>$ . На рисунке 1 представлены зависимости углов разворота  $\psi$  от плотности ДН, полученные с помощью рентгеновской дифрактометрии. Они позволяют сделать следующие выводы об особенностях пластической релаксации гетеросистем с вицинальными ориентациями ГР. Если ДН залегают в направлении [13 13 -2], то наблюдается прямая зависимость угла разворота от плотности дислокаций несоответствия. Это соответствует модели формирования рядом ДН аналога малоугловой границы [8], т.к. вектор Бюргерса не лежит в плоскости границы раздела. Отклонение значений от линейной зависимости связано с двумя факторами. Во-первых, зависимость не отражает то, что образцы имели разный состав пленки, т.е. разное несоответствие  $f$ . Влияние несоответствия хорошо видно на примере образцов № А3 и А6 (таблица 1). Плотность ДН в них равна нулю, т.к. пленка находится в псевдоморфном состоянии. Однако решетки пленок развернуты на разные величины углов, отличающиеся почти в 2 раза, что приблизительно соответствует отношению несоответствия  $f$  этих образцов. Во-вторых, возможно введение ДН, как увеличивающих разворот решетки пленки, так и уменьшающих его [4, 5, 9, 10]. Соотношение меж-

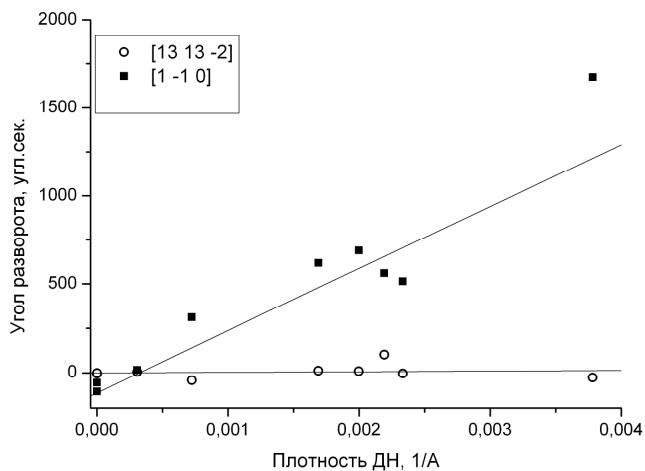


Рис. 1. Зависимости углов разворота  $\psi$  от плотности ДН вокруг направлений [-1 1 0] и [13 13 -2].

**Таблица 1.** Экспериментальные значения углов разворота  $\psi$  и сдвиговых деформаций  $\varepsilon_{xz}$  для образцов  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$  (1 1 13), разворот от (0 0 1) на  $6,2^\circ$  вокруг [-1 1 0].

Номер образца	$x$	$\rho, \%$	величина углов сдвига для направлений			
			[13 13 -2]		[-1 1 0]	
			$\psi$ , угл.сек.	$\varepsilon_{xz}$ , угл.сек.	$\psi$ , угл.сек.	$\varepsilon_{xz}$ , угл.сек.
A1	0,083	50	311	-81	-42,5	-15,5
A2	0,248	54	514,5	-101,5	-4	26
A3	0,229	0	-106	-126	-4,5	-4,5
A3 отжиг	0,233	54	561	-42	102	-33
A4	0,182	63	690	-90	9	0
A5	0,268	81	1674,5	-41,5	-26	-35
A6	0,101	0	-55	-61	-0,5	-1,5
A7	0,176	10	16	-25	5,5	-5,5
A7 отжиг	0,202	48	618,5	-67,5	12	6

ду дислокациями, из-за случайного характера зарождения, в различных образцах может быть разное. Для направления [-1 1 0] среднее значение угла разворота близко к нулю. Разброс значений связан с флюктуационным характером возникновения ДН. Таким образом, можно сделать вывод, что разворот кристаллической решетки пленки возникает вокруг направления поверхностных ступеней, т.е. направления отклонения вицинальной плоскости от сингулярной (0 0 1). Величина угла разворота  $\psi$  прямо пропорциональна плотности дислокаций несоответствия, что свидетельствует о накоплении в границе раздела одинаковых ДН [9, 10].

Работа выполнена при поддержке РФФИ гранта 12-02-01128-а и междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 72.

- [1] Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, УФН **178**, 459–480 (2008)
- [2] H. Nagai. // J. Appl. Phys. **45**, 3789, (1974)
- [3] P. Auvray et al.// Appl. Surf. Sci. **50**, 109, (1991)
- [4] Ferenc Riesz. // J. Appl. Phys. **79** (8), 4111 (1996)
- [5] Ferenc Riesz. // J. Vac. Sci. Technol. A **14**(2), 425 (1996)
- [6] А.В. Колесников и др. Известия РАН, серия физическая, **75**, №5 с.652 (2011).
- [7] P. van der Sluis. // J. Phys. D: Appl. Phys. **26**, A188, (1993)
- [8] Халл Д. Введение в дислокации (структуре и свойства кристаллов). М.: Атомиздат, 1968, 280 с.
- [9] E.M. Trukhanov and A.V. Kolesnikov. // Applied Surface Science **123/124**, 669, (1998)
- [10] Е.М. Труханов. // "Поверхность" **1**, 43, (2010)

# Моделирование изображений фотонных кристаллов в ближнем поле в схеме рентгеновской трансмиссионной микроскопии.

В. Г. Кон, Н. В. Цвигун<sup>\*</sup>.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, Москва,

<sup>\*</sup>Институт Кристаллографии им. А. В. Шубникова, РАН, 119333, Москва.

n\_tsvigun@mail.ru

Развитие методов синтеза фотонных кристаллов привело к необходимости диагностики их внутренней структуры. Были разработаны различные методы [1], наиболее информативные из которых основаны на использовании рентгеновского излучения. Чаще других используется метод малоугловой рентгеновской дифракции, в котором исследуют структуру дифракционных пятен на большом расстоянии от кристалла [2-5].

Это позволяет выявить симметрию решетки и наличие возможных дефектов. Информация имеет интегральный характер и ничего не говорит о рассеянии излучения внутри объекта и локализации дефектов внутри кристалла. Развитие метода высокоразрешающей трансмиссионной рентгеновской микроскопии [7,8], основанной на применении составной преломляющей рентгеновской линзы [9,10], дает возможность наблюдать распределение интенсивности рентгеновского излучения сразу за кристаллом.

В свою очередь, развитие этой методики привело к необходимости разработки методов теоретического расчета и описания получаемых изображений. В данной работе впервые сделан шаг в этом направлении, а именно, разработан метод расчета прохождения рентгеновского излучения через идеальный и хорошо ориентированный фотонный кристалл.

Будем считать, что на входную поверхность фотонного кристалла в форме пластины, перпендикулярной направлению пучка, совпадающего с осью  $z$  декартовой системы координат, падает плоская монохроматическая волна рентгеновского излучения. Амплитуду рентгеновской волны в общем случае запишем в виде

$$E(x, y, z) = A(x, y, z) \exp(ikz), \quad k = 2\pi/\lambda \quad (1)$$

Здесь  $\lambda$  – длина волны излучения. Если падающая волна плоская, то ее амплитуда на входной поверхности ( $z = 0$ ) постоянна. Пусть  $A(x, y, 0) = 1$ . Наша задача: вычислить распределение волнового поля на выходной поверхности кристалла.

Для жестких рентгеновских лучей с высокой точностью выполняется параксиальное приближение, поэтому вместо уравнения

Максвелла для амплитуды электрического поля можно решать параксиальное уравнение для волновой функции  $A(x, y, z)$ , которое запишем в виде [11]

$$\frac{dA}{dz} = -ik\eta\rho(x, y, z)A + \frac{i}{2k} \left( \frac{d^2A}{dx^2} + \frac{d^2A}{dy^2} \right) \quad (2)$$

Будем считать, для простоты, что фотонный кристалл состоит из одинаковых плотно-упакованных сфер. В этом случае параметр  $\eta = \delta - i\beta = 1 - n$ , где  $n$  – комплексный показатель преломления материала. Функция  $\rho(x, y, z)$  равна 1 в точках, где есть вещества, то есть внутри сфер, и равна 0, где вещества нет.

В общем случае, то есть для произвольной функции  $\rho(x, y, z)$  задача все еще остается очень сложной. Но для короткого периода кристалла по направлению пучка, то есть в наиболее интересном для нас случае, можно сделать дополнительное приближение. Учтем, что на расстоянии, равном периоду  $h$ , волновая функция изменяется очень слабо, и этим изменением можно пренебречь. Тогда уравнение (2) можно усреднить по периоду и заменить функцию  $k\eta\rho(x, y, z)$  на

$$a(x, y) = k\eta s(x, y), \quad s(x, y) = \frac{1}{h} \int_0^h dz' \rho(x, y, z') \quad (3)$$

В этом приближении коэффициент в первом члене в правой части (2) не зависит от  $z$  и от него можно избавиться подстановкой  $A = B \exp(-iaz)$ . При этом вместо (2) для функции  $B(x, y, z)$  получаем уравнение

$$\frac{dB}{dz} = \frac{i}{2k} \left( \frac{d^2B}{dx^2} + \frac{d^2B}{dy^2} \right) + O(z) \quad (4)$$

Второй член в правой части условно описывает все члены, получающиеся при дифференцировании  $\exp(-iaz)$  по координатам  $x$  и  $y$ . При этом он содержит как члены, пропорциональные  $z$ , так и члены, пропорциональные  $z^2$ . Для нас важно, что при малом значении  $z$  именно линейные по  $z$  члены существенны в первую очередь.

При решении уравнения можно выбирать начало координат на оси  $z$  произвольно. Мы будем выбирать его в такой точке  $z_0$ , где уже

знаем функцию  $B(x,y,z_0)$ . То есть в уравнении (4) координата  $z$  – это расстояние от точки, в которой решение известно. Следующее приближение состоит в том, что при интегрировании на малое расстояние вдоль оси  $z$  можно пренебречь вторым членом в уравнении (4) потому что он приведет к изменениям второго порядка малости.

В результате мы получили параболическое уравнение, решение которого известно (см., например, [11]). Оно имеет вид свертки по координатам  $x,y$  известной функции  $B(x,y,0)$  с пропагатором Кирхгофа  $P_2(x,y,z) = P(x,z)P(y,z)$ , где

$$P(x, y) = \frac{1}{(i\lambda z)^{1/2}} \exp\left(i\pi \frac{x^2}{\lambda z}\right) \quad (5)$$

Для исходной функции  $A(x,y,z)$  имеем

$$A(x, y, z) = \exp(-ia(x, y)z) \times \\ \int dx' dy' P_2(x - x', y - y', z) A(x', y') \quad (6)$$

Практическая реализация описанного выше метода расчета выполнена для фотонного кристалла, состоящего из сфер  $\text{SiO}_2$  диаметром  $D$  и имеющего структуру типа АВАВАВ. Направление пучка (ось  $z$ ) совпадает с осью гексагональной симметрии. Период кристалла по оси  $z$  равен  $h = D(8/3)^{1/2}$ . На рисунке 1 показана функция  $s(x,y)$  в виде черно-белого линейного контраста в пределах расчетной области. Черный цвет соответствует  $s = 0$ , белый  $s = 1$ .

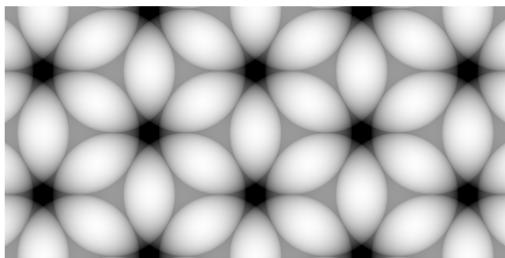


Рис. 1. Функция  $s(x,y)$  на расчетной области.

Расчет свертки двух функций вычислялся с использованием правила, согласно которому фурье-образ свертки равен произведению фурье-образов ее функций. Для расчета фурье-образов на компьютере применялась процедура быстрого преобразования Фурье (FFT) на сетке точек  $2048 \times 1024$ . При этом ответ получается в той же расчетной области. Расчетная область имела размер, равный  $2D$  по вертикали и  $4D$  по горизонтали. Период структуры кристалла по вертикали равен  $D$ , а по горизонтали  $1.732 D$ . Таким образом, в расчетную область по горизонтали помещается не целое число периодов.

В данной работе нас интересовало распределение интенсивности сразу за кристаллом для различных значений его

толщины, которая задается числом периодов. На больших расстояниях для получения дифракционной картины от кристалла необходимо использовать другую схему расчета.

Компьютерная программа написана с учетом возможности вычисления распределения волнового поля как внутри фотонного кристалла, так и после него. Учитывая, что плоская волна не меняется при прохождении в пустом пространстве, начальное состояние сразу задавалось в виде трансмиссионной функции  $T(x,y) = \exp[-ia(x,y)z]$ , где  $z = h$ , то есть для слоя толщиной в один период кристалла. Затем в цикле делалось заданное число итераций. Каждая итерация включала в себя две операции: пропагирование по пустому пространству на один период и умножение на  $T(x,y)$ .

Результат в виде комплексной волновой функции записывался в файл на каждой итерации. Эту функцию можно использовать для продолжения расчета и построения графиков. При этом на последней итерации цикла умножение на  $T(x,y)$  не проводилось, а расстояние пропагирования можно было изменять на произвольное. На каждой итерации программа показывала двумерные карты распределения интенсивности, а также графики распределения интенсивности по центральным сечениям (вертикали и горизонтали).

Наиболее информативными являются черно-белые карты двумерного распределения интенсивности излучения. Чтобы не терять информацию, такие карты строились с линейной шкалой почернения. Черный цвет всегда соответствовал минимальному значению, а белый максимальному. При этом минимальное  $I_{\min}$  и максимальное  $I_{\max}$  значения монотонно изменялись в зависимости от числа итераций (числа периодов).

На рисунке 2 показаны результаты расчета для  $\lambda = 1 \text{ \AA}$  и  $D = 500 \text{ нм}$  в виде таких двумерных карт, показывающих центральные фрагменты размером  $1024 \times 512$  точек для 5, 10, 20 и 40 итераций. Число итераций показано на вставке внизу каждой карты. Первоначально  $I_{\min} = I_{\max} = 1$ . С ростом числа итераций интенсивность усиливается в одних местах и ослабляется в других. Видно, что усиление происходит за границами сфер, а в тех частях, где много материала, интенсивность ослабляется. Но причиной такого ослабления является не поглощение, а рассеяние, то есть смещение лучей в область границы. Выйти из этой области лучам мешают соседние сферы.

При малом числе итераций видны четкие интерференционные полосы, имеющие вид зон Френеля, которые характерны для интерференции лучей, испытавших преломление в объекте, и лучей, проходящих мимо объекта. Но контраст очень слабый. С ростом числа итераций такие полосы размазываются в

результате многократного рассеяния, но возникают другие, с большим периодом.

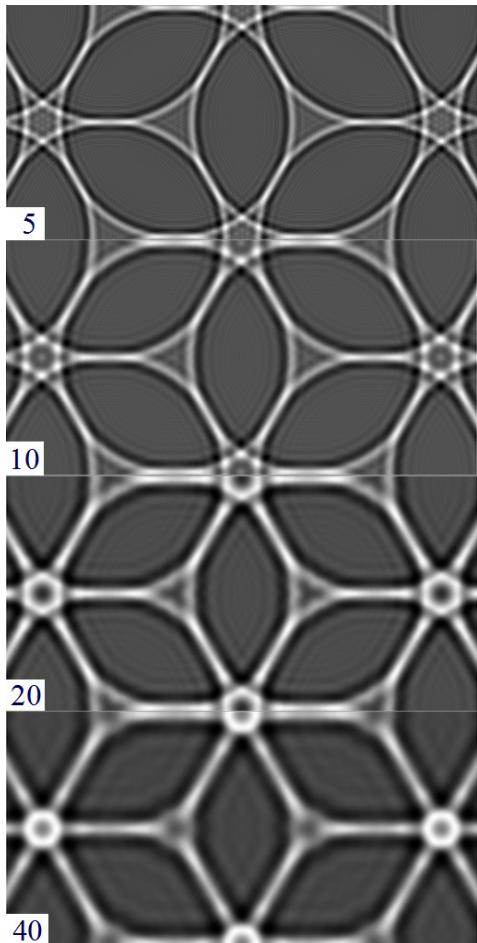


Рис. 2. Карты распределения интенсивности излучения для разных толщин кристалла. Толщина кристалла измеряется числом периодов, которое показано на панелях.

На рисунке 3 показаны графики зависимости минимального, среднего и максимального значений интенсивности от числа периодов кристалла. Среднее значение изменяется очень слабо, и это изменение полностью определяется поглощением. На кривых минимального и максимального значений заметен излом почти линейных зависимостей в районе 25-й итерации. Максимальное значение растет быстрее, чем убывает минимальное. Причиной является то, что области с максимальной интенсивностью занимают меньшую площадь и находятся в области пустотных каналов.

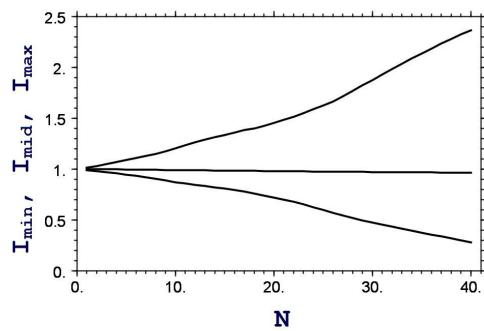


Рис. 3. Минимальное (нижняя кривая), среднее и максимальное (верхняя кривая) значения интенсивности в зависимости от числа итераций.

В результате вычислений показано, что стандартный метод расчета для фазового контраста в in-line геометрии, в котором не учитывается перераспределение интенсивности внутри образца, нельзя использовать в задаче о прохождении рентгеновского излучения через фотонный кристалл, т. к. существенное изменение интенсивности происходит уже на нескольких его периодах.

Один из авторов (В. Г. К.) благодарит РФФИ грант № 13-02-00469, а также поддержку Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 8364.

- [1] Климонтовский, С. О., Абрамова В. В., Синицкий А. С., Третьяков, Ю. Д., Успехи химии, 2011, **80**, 1244.
- [2] Самусев, А. К., Синев, И. С., и др., ФТТ, 2012, **54**, 1946.
- [3] Gulden, J., Yefanov, O. M., et al., Phys. Rev. B, 2010, **81**, 224105
- [4] Абрамова В. В., Синицкий Н. А., и др., ЖЭТФ, 2009, **136**, 37.
- [5] Thijssen, J. H. J., Petukhov, A. V., et al., Adv. Mater., 2006, **18**, 1662.
- [6] Bosak, A., Snigireva, I., Napolskii, K. S., Snigirev A., Adv. Mater. 2010, **22**, 3256.
- [7] Snigireva, I., Bosak, A., Snigirev A., AIP Conf. Proc., 2011, **1365**, 289
- [8] Snigireva, I., Vaughan G. B. M., Snigirev A., AIP Conf. Proc., 2011, **1365**, 188
- [9] Snigirev, A., Kohn, V., Snigireva, I., Lengeler, B., Nature, 1996, **384**, 49.
- [10] Lengeler, B., Schroer, C. G., et al., Appl. Phys. Lett., 1999, **74**, 3926.
- [11] Кон, В. Г., ЖЭТФ, 2003, **124**, 224.

# СПЕКТРАЛЬНО-УГЛОВОЯ ШИРИНА ПОЛНО ПЕРЕБРОСИВАЕМОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян, С.Г. Хлопузян, Т.Р. Мурадян

Институт прикладных проблем физики НАН РА

Гр. Нерсисян 25, Ереван, Армения, Vahan2@yandex.ru

В настоящее время уравнения Такаги являются основными при описании распространения неоднородных рентгеновских волновых пакетов в кристалле и при анализе проблемы изображения в рентгеновской дифракционной оптике (как в идеальных, так и в деформированных кристаллах). Аналитические решения можно найти только для ограниченных видов деформации. В случае одномерных деформаций удалось найти точное решение уравнений Такаги только для искажений параболического и экспоненциального типа и для кристаллов с переходным слоем. Наиболее интересный для нас случай, это деформация индуцированный в кристалле с помощью температурным градиентом (ТГ) или акустическим воздействием (АВ).

Исходя из экспериментальных условий, дифракция рентгеновского излучения рассматривается или в приближении подающей плоской волны (когда угловая расходимость падающего рентгеновского пучка меньше ширины кривой отражения – порядка нескольких угловых секунд) или в приближении подающей сферической волны.

Дифракция плоской и сферической рентгеновской волны в кристаллах при наличии ТГ или АВ рассмотрена в работах [1-9].

В реальных экспериментальных условиях падающий рентгеновский пучок имеет не только угловую расходимость, но и спектральную ширину.

С целью приближения теории к реальному эксперименту проведены модельные расчеты для процесса когерентного рассеяния рентгеновского излучения на монокристаллах кварца при наличии ТГ для падающего пучка со спектрально-угловым распределением интенсивности  $I(\lambda, \theta)$ .

В модельных расчетах учитывается, что: пучок рентгеновского излучения, падающий на кристалл, имеет расходимость и спектральную ширину и в каждом направлении распространяется совокупность плоских волн с разными длинами волн.

В модели использован подход, в котором падающая рентгеновская волна разлагается на совокупность плоских монохроматических волн, каждая из которых рассеивается в соответствии с динамической теорией в плосковолновом приближении, после чего в плоскости детектора происходит интегрирование по спектральной и угловой переменным. В расчетах для каждой проходящей и отраженной плоско-монохроматической волны использовались решения, полученные в работе [6].

Компьютерная модель включает лицевую панель (интерфейс пользователя модели, представленный на рисунке 1) с элементами управления программой и индикации для визуализации результатов расчета на экране монитора, и блок-диаграмму, в которой описан математический аппарат.

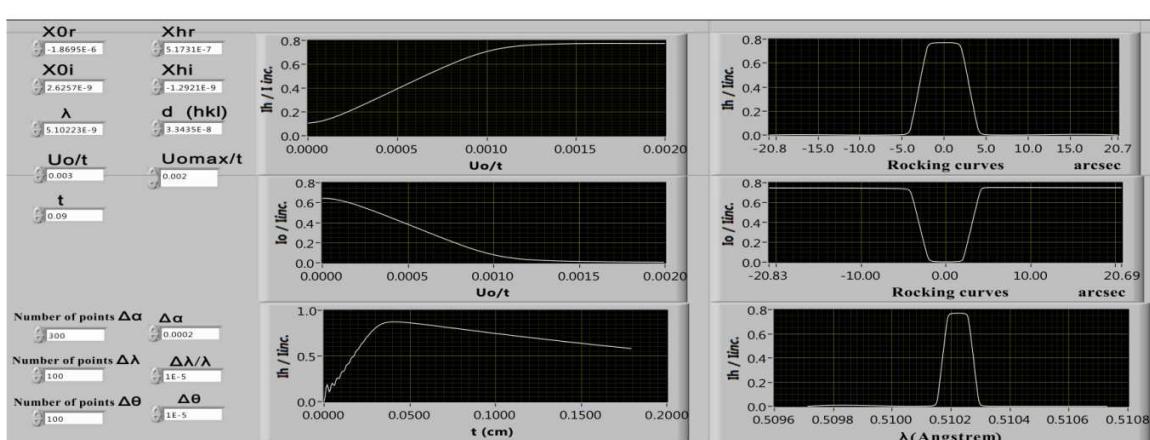


Рисунок 1 - Лицевая панель виртуального прибора для моделирования процессов когерентного рассеяния рентгеновского излучения в кристаллах деформированных с ТГ или АВ.

### Элементы управления программы:

- $\chi_{0r}, \chi_{0i}, \chi_{hr}, \chi_{hi}$  – соответственно реальные и мнимые значения Фурье-компонент поляризуемости;
- $\Delta\lambda$  спектральная ширина рентгеновского излучения ( $-\frac{\Delta\lambda}{2} + \lambda_0, \lambda_0 + \frac{\Delta\lambda}{2}$ );
- $\Delta\theta$  – угловая ширина рентгеновского излучения ( $-\frac{\Delta\theta}{2} + \theta_0, \theta_0 + \frac{\Delta\theta}{2}$ );
- $\lambda_0$  – длина волны рентгеновского излучения, соответствующая центральному лучу, который падает под углом  $\theta_0$  ( $2d \sin \theta_0 = \lambda_0$ );
- $\Delta\alpha$  ( $\frac{\Delta\alpha}{2}, \frac{\Delta\alpha}{2}$ ) – область изменения угловой переменной  $\alpha$ , где  $\alpha$  характеризует угол качания кристалла вокруг точного угла Брэгга  $\theta_0$ ;
- $d(hkl)$  – межплоскостное расстояние отражающих атомных плоскостей;
- $t$  – толщина монокристалла;
- $1/R$  – где  $R$  радиус кривизны отражающих атомных плоскостей;
- $1/R_{max}$  – где  $R_{max}$  максимальный радиус кривизны отражающих атомных плоскостей, которые используется в индикациях от величины радиуса кривизны;
- Number of points  $\Delta\alpha$  – число значений переменной  $\alpha$  для расчета и изображения кривых отраженного и проходящего пучков;
- Number of points  $\Delta\lambda$  – шаг изменения  $\lambda$  в области ( $-\frac{\Delta\lambda}{2} + \lambda_0, \lambda_0 + \frac{\Delta\lambda}{2}$ );
- Number of points  $\Delta\theta$  – шаг изменения угла  $\theta$  в области ( $-\frac{\Delta\theta}{2} + \theta_0, \theta_0 + \frac{\Delta\theta}{2}$ ).

### Элементы индикации:

- зависимость относительной интенсивности отраженного и проходящего пучка от величины радиуса кривизны отражающих атомных плоскостей при  $\alpha = 0$ ;
- зависимость относительной интенсивности отраженного и проходящего пучка от угла качания кристалла;
- зависимость относительной интенсивности отраженного пучка от толщины монокристалла (при значении  $1/R$  и  $\alpha = 0$ );
- относительное спектральное распределение отраженного пучка (при значении  $1/R$  и  $\alpha = 0$ ).

Результаты расчетов по разработанной компьютерной модели для отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла кварца толщиной 0,3, 0,65 и 0,9 мм для энергии фотонов 19,3 кэВ и 24,3 кэВ показывают, что

- при энергии фотонов 19,3 кэВ и 24,3 кэВ со спектрально-угловой шириной  $10^{-4}$  пучка рентгеновского излучения от отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла кварца толщиной 0,3 мм без внешнего воздействия отражается только (2-3) % падающего излучения.

При максимальном значении деформации достигается усиление в 5-6 раз для этих энергий, а при спектрально-угловой ширине  $10^{-5}$  рентгеновского пучка без воздействия отражается около 17 % падающего излучения, а при максимальном значения внешнего воздействия достигается усиление в 5-6 раз.

- при энергии фотонов 19,3 кэВ и 24,3 кэВ со спектрально-угловой шириной  $10^{-4}$  рентгеновского излучения от отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла кварца толщиной 0,65 мм без воздействия отражается (2-3) % падающего излучения. При максимальном значении деформации усиление достигает уровня в 14-15 раз для рассматриваемых энергий фотонов, а при спектрально-угловой ширине  $10^{-5}$  пучка рентгеновского излучения без акустического воздействия отражается около 17 % падающего излучения, как в случае кристалла с толщиной 0,3 мм. Но при значении  $1/R = 0,003\text{cm}^{-1}$  интенсивность проходящего пучка обнуляется, то есть все излучение полностью перебрасывается в направление отражения.

- при энергии фотонов 19,3 кэВ и 24,3 кэВ со спектрально-угловой шириной  $10^{-4}$  пучка рентгеновского излучения от отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла кварца толщиной 0,9 мм без акустического воздействия отражается (2-3) % падающего излучения (если отраженный пучок сравним с проходящим пучком, конечно, будет намного больше, чем при толщинах 0,65 мм и 0,3 мм). При максимальном значении деформации достигается усиление более чем в 20 раз. Расчеты показали, что в точном условии Брэгга при значении  $1/R = 0,003\text{cm}^{-1}$  с энергией фотонов 19,3 кэВ весь пучок отражается, но с энергией фотонов 24,3 кэВ проходящий пучок не обнуляется. А при спектрально-угловой ширине  $10^{-5}$  пучка рентгеновского излучения от отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла кварца толщиной 0,9 мм для энергии фотонов 19,3 кэВ и 24,3 кэВ полностью перебрасывается весь проходящий пучок уже при значении  $1/R = 0,0025\text{cm}^{-1}$ .

- для той же спектрально-угловой ширины  $10^{-4}$  максимальная интенсивность отраженного пучка с энергией фотонов 19,3 кэВ получается при толщине монокристалла кварца 1,1мм, т.е. при значении  $\mu t = 1$ , где  $\mu$  коэффициент линейного погашения рентгеновского излучения в монокристалле.

Результаты имитационного моделирования показали, что:

- угловая и спектральная ширина полностью перебрасываемого рентгеновского излучения (ППРИ) зависит от толщины исследуемого монокристалла;

- в условиях ППРИ интегральная интенсивность отраженного пучка увеличивается более чем в 20 раз, когда подающий пучок имеет относительную угловую и спектральную ширину больше  $10^{-4}$ , увеличение от 3 до 20 раз наблюдается, когда относительная угловая и спектральная ширина меняется от  $10^{-5}$  до  $10^{-4}$ , увеличение в 2-3 раза, когда относительная угловая и спектральная ширина меньше  $10^{-5}$  (случай плоско-монохроматического излучения, но увеличение в 3 раза достигается за счет эффекта прозрачности при условии полной переброски);

- в условиях полной переброски рентгеновского излучения кривые качания становятся симметричными из-за прозрачности кристалла.

### **Заключение**

Моделирован процесс когерентного рассеяния рентгеновского излучения на монокристаллах кварца при наличии температурного градиента или акустического воздействия для падающего пучка со спектрально-угловым распределением интенсивности  $I(\lambda, \theta)$ . В условиях полной переброски рентгеновского излучения, интегральная интенсивность отраженного пучка увеличивается больше чем в 20 раз, когда подающий пучок имеет относительную угловую и спектральную ширину больше  $10^{-4}$ , увеличение от 3 до 20 раз наблюдается, когда относительная угловая и спектральная ширина меняется от  $10^{-5}$  до  $10^{-4}$ , увеличение в 2-3 раза, когда относительная угловая и спектральная ширина меньше  $10^{-5}$  (случай плоско-монохроматического излучения, но увеличение в 3 раза может достигаться за счет эффекта прозрачности). Угловая и спектральная

ширина перебрасываемого рентгеновского излучения зависит от толщины исследуемого монокристалла и максимальная интегральная интенсивность отраженного пучка получается при толщине монокристалла  $\mu t = 1$ .

### **Список литературы**

- [1] Gabrielyan R. G., Mkrtchyan A.R., Aslanyan H.A. and Kotanyan Kh.V. //Phys. Stat. Sol. – 1985. –Vol. 92(a). – P. 361-368
- [2] Mkrtchyan A.R., Navasardian M.A., Gabrielyan R.G., Kocharyan L.A. and Kuzmin R.N. //Solid State Communications. – 1986. – Vol. 59. – P. 147-149
- [3] Р.Г. Габриелян, А.А. Асланян. // Изв. АН Арм. ССР. Физика. – 1986. – Т. 21. – В. 6. – С. 337-339
- [4] Мкртчян А. Р., Габриелян Р. Г., Асланян А. А. и др. //Изв. АН Арм. ССР. Физика. – 1986. – Т. 21. – В. 6. – С. 297-305
- [5] V.R. Kocharyan. //Book of Abstracts, XXI Congress of the International Union of Crystallography. –2008; Acta Crystallographica. – 2008. – V. A64. – С. 579-580
- [6] Кочарян В.Р. Алексанян Р.Ш., Труни К.Г. // Изв. НАН Армении, Физика. – 2010. – Т 45. – № 4. – С. 290-297
- [7] А.Р. Мкртчян, В. Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян. //Материалы совещания «Рентгеновская оптика-2010». – Черноголовка. – 2010. – С. 44-46
- [8] А.Р. Мкртчян, В. Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян. //Материалы совещания «Рентгеновская оптика-2010». – Черноголовка. – 2010. – С. 47-49
- [9] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К. // Письма в ЖТФ. – 1982. – Т. 8. – В. 11. – С. 677-680.

## **SPECTRAL-ANGULAR WIDTH OF FULLY PUMPED X-RAY**

**V.R. Kocharyan, A.E. Movsisyan, S.H. Khlopuzyan, T.R. Muradyan**

**Institute of Applied Problems of Physics, NAS RA**

25 Hr. Nersessyan Str.,375014, Yerevan, Republic

It has been modeled the process of X-ray coherent scattering on quartz single crystals under a temperature gradient or an acoustic influence on the descendent beam with spectral-angular distribution of the intensity  $I(\lambda, \theta)$ . Under the condition of the X-ray full pumping, the integral intensity of the reflected beam increases more than 20 times, when the descendent beam has relative spectral and angular width more than  $10^{-4}$ . The increase from 3 to 20 times is observed when the relative angular and spectral width changes from  $10^{-5}$  to  $10^{-4}$ . The increase from 2-3 times takes places, when the relative angular and spectral width is less than  $10^{-5}$  (the case of a plane-monochromatic radiation, nevertheless, the increase of 3 times can be achieved due to the transparency effect). The angular and spectral width of the pumped X-radiation depends on the thickness of the studied crystal and the maximal integral intensity of the reflected beam is observed for crystal thickness  $\mu t = 1$ .

# Сравнительный анализ картин двухволновой и трехволной дифракции для сильно нарушенных эпитаксиальных слоев.

P.H.Kютт

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН

Со времени открытия Максом фон Реннигером многоволновой дифракции в 1937 г. [[1]] вышло немало как теоретических, так и экспериментальных работ на эту тему, но большинство из них имело академический характер без приложения к конкретным исследованиям кристаллов. Исключение составляли несколько публикаций, в которых многоволновая дифракция использовалась для определения параметров решетки [2-4]. Что касается исследования дефектной структуры кристаллов и кристаллических слоев, то они начались только в последние годы, в том числе и автором данной работы [5-11]. В настоящей публикации описано продолжение этих работ и освещены некоторые новые аспекты трехволновой дифракции в сильно нарушенных вюрцитных структурах.

И двухволновая (одна сильная дифрагированная волна совместно с падающей), и трехволновая (2 дифрагированные, падающая и одна служебная волны в кристалле) для сильнодислокационных слоев (с плотностью более  $10^8 \text{ см}^{-2}$ ) могут рассматриваться в пределе кинематической теории. Она описывает дифракцию независимо от толщины пленок, так как расстояния между дислокациями заведомо меньше толщины, где могла бы сформироваться первичная экстинкция. И в том, и в другом случаях максимальная глубина проникновения и выхода излучения из кристалла определяется глубиной поглощения. Кинематическая теория дифракции в двухволновом случае всем известна. Что касается трехволновой дифракции, то она была разработана еще Реннигером [1] и развита в работах E.Rosmanith [12-14], правда, для модели монокристалла, состоящего из сферических кристаллитов. Однако нужно отметить, что кинематический предел интегральной интенсивности должен быть одним из тем же, независимо от типа кристаллических нарушений.

Форма дифракционных профилей (пиков) также в обеих дифракциях может быть определена однотипно, исходя из геометрии обратного пространства. При этом поля смещений и геометрические параметры определяют распределение интенсивности вокруг узлов обратной решетки (форму узлов), а геометрия дифракции и способ сканирования (определяющие путь прохождения узлов через сферу Эвальда) преобразуют это распределение в дифракционные пики различной формы и ширины.

Но если в двухволновой дифракции мы имеем дело с одной плоскостью рассеяния и одним сечением сферы Эвальда, то в трехволновом случае картина сложнее. Мы должны рассматривать сферу Эвальда в объеме с сечением ее узлами решетки на разных широтах. Кроме того, в трехволновой дифракции к стандартным модам сканирования добавляется азимутальное ф-сканирование (реннигерское), которое и определяет положение трехволновых комбинаций.

В теории Rosmanith, исходя из ее кристаллической модели, дифракционные профили рассчитывались с учетом сферической формы узлов обратной решетки. Для наших объектов – эпитаксиальных пленок с большой плотностью дислокаций – узлы имеют в большинстве случаев форму дисков, которые для прямолинейных дислокаций перпендикулярны линиям дислокаций, а для хаотического распределения перпендикулярны, в основном, вектору дифракции.

## Диаграммы Реннигера для кристаллов GaN, AlN и ZnO

Все эти кристаллы имеют гексагональную структуру типа вюрцита, что и обуславливает симметрию диаграмм Реннигера. Все возможные независимые трехволновые комбинации находятся в створе азимутальных углов в  $30^\circ$  между направлениями [11-20] и [10-10], затем они зеркально отражаются через [10-10] и далее картина повторяется с периодом в  $60^\circ$ . Для первичного запрещенного отражения 0001 и CuK $\alpha$ -излучения число независимых пиков Реннигера ограничено 10 при параметре элементарной ячейки  $a < 3.20 \text{ \AA}$  (GaN, AlN) и 12 при больших  $a$  (ZnO).

Табл.1 Положение трехволновых пиков на диаграмме Реннигера

Number	Reflections	$\phi$ – position, degrees		
		GaN	AlN	ZnO
MP-1 (1, 2)*	(02̄23)/(0̄22̄)	6.48	3.66	7.25
MP-2 (4. 1)	(3̄1̄20)/(̄3121)	7.37	9.01	6.155
MP-3 (3. 3)	(01̄13)/(0̄11̄2)	10.35	7.13	10.35
MP-4 (2. 5)	(12̄33)/(̄123̄2)	11.04	5.96	12.85
MP-5 (5. 6)	(1̄100)/(̄1101)	16.38	16.81	16.06

MP-6 (6. 8)	$(02\bar{2}2)/(0\bar{2}2\bar{1})$	19.91	18.47	20.64
MP-7 (7. 11)	$(02\bar{2}1)/(0\bar{2}20)$	25.66	24.67	26.41
MP-8 (8,10)	$(1\bar{1}0\bar{1})/(\bar{1}102)$	26.23	27.29	26.00
MP-9 (9, 9)	$(3\bar{1}\bar{2}2)/(\bar{3}123)$	27.17	27.75	25.37
MP-10 (10,12)	$(3\bar{2}\bar{1}0)/(\bar{3}211)$	29.15	29.20	27.94
MP-- (-, 4)	$(13\bar{4}1)/(\bar{1}\bar{3}40)$			11.97
MP-- (-, 7)	$(4\bar{1}\bar{3}0)/(\bar{4}131)$			20.24

\* Порядковые номера даны для GaN, в скобках – для AlN и ZnO

Рассчитанные азимутальные позиции всех трехволновых комбинаций приведены в табл.1. При расчете использовались следующие параметры: 5.1851 Å и 3.189 Å для GaN, 4.9816 Å и 3.113 Å для AlN, 5.2066 Å и 3.2498 Å для ZnO. Угол  $\phi=0$  соответствует положению, когда направление  $[11\bar{2}0]$  лежит в плоскости рассеяния.

#### Закономерности уширения пиков $\theta$ -моды. Геометрическое объяснение.

В ходе предыдущих исследований трехволновой дифракции на целой серии эпитаксиальных пленок GaN, AlN, ZnO, сверхрешетки GaN/AlGaN был выявлен ряд закономерностей трехволновой дифракционной картины [9-11]. Особенно это касается полуширины пиков  $\theta$ -моды сканирования. Во-первых, она сильно зависит от типа трехволновой комбинации и может меняться от отражения к отражению в несколько раз. Пики, для которых вектор обратной решетки вторичного отражения **ОН2** параллелен поверхности (Лауз-рефлекс), имеют наибольшие значения FWHM (в наших обозначениях это пики MP-2, MP-5 и MP-10). Наиболее узкие пики наблюдаются для комбинации  $(01\bar{1}3)/(0\bar{1}1\bar{2})$  с наибольшей компонентой вектора **ОН2**, нормальной к поверхности. Эта закономерность имеет место независимо от абсолютных значений FWHM, т.е. от общей степени нарушенности пленки.

Из геометрии обратного пространства следует, что разница в уширении пиков различных трехволновых комбинаций определяется широтой и долготой положения, в котором узел обратной решетки H2 пересекает сферу Эвальда в процессе сканирования. Все эти положения нанесены на рис.1. Для всех пар отражений мы имеем только 3 уровня широт, соответствующих индексам Миллера для  $hk\bar{l}$  рефлекса H2 с  $l=0, 1$  (уровень 1),  $l=-1,2$  (уровень 2) и  $l=-2, 3$  (уровень 3).

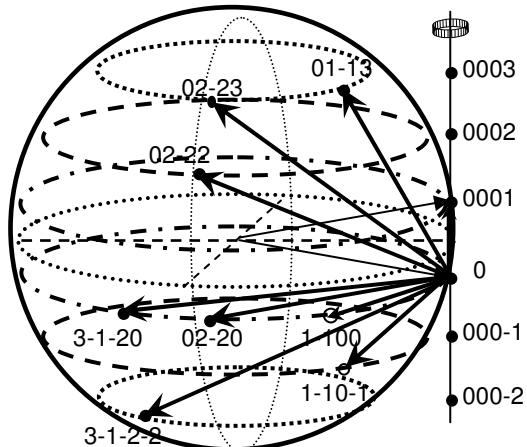


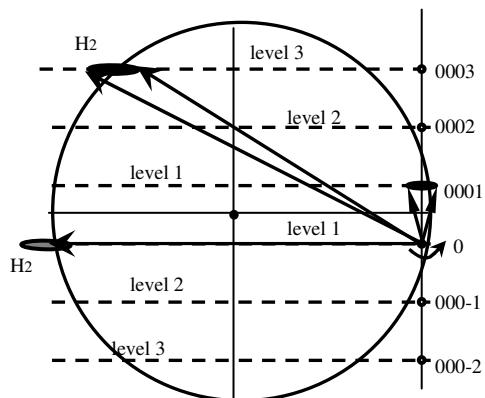
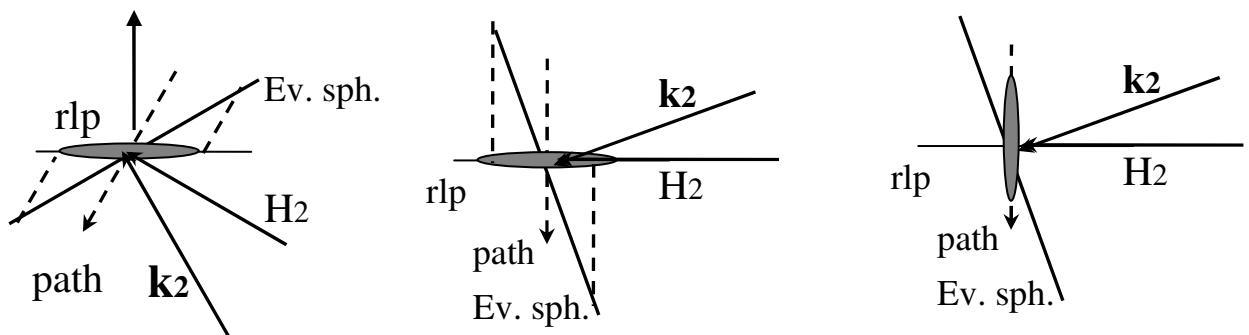
Рис.1. Положение узлов обратной решетки вторичного рефлекса при пересечении ими сферы Эвальда.

В качестве примера в табл.2 приведены значения FWHM для нескольких эпитаксиальных слоев GaN с различным структурным совершенством и типом превалирующей плотности дислокаций. Плотность различных семейств дислокаций (как прямодинейных прорастающих винтовых и краевых, так и хаотически распределенных) варьируется от  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  до  $5*10^9 \text{ cm}^{-2}$ . Все данные рассортированы по уровням широты, а внутри каждой группы – по долготе точки пересечения узлом H2 сферы Эвальда. Видно, что для уровня 3 мы имеем наиболее узкие пики, а для уровня 1 – наиболее широкие. Зависимость полуширины от долготы также наблюдается, хотя она и не так ярко выражена. Трехволновые пики  $\theta$ -моды показывают сильную чувствительность полуширины от структурного совершенства. Для наиболее совершенных слоев с плотностью дислокаций  $\sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$  FWHM of  $\theta$ -скан пиков практически одна и та же для всех трехволновых комбинаций ((530-560) arc sec). Разумеется, рефлексы, принадлежащие уровню 1, наиболее чувствительны к плотности дислокаций. Однако пока какой-либо корреляции между  $\theta$ -уширением и конкретными ансамблями дислокаций не просматривается.

Особенности уширения разных трехволновых комбинаций можно теперь объяснить, исходя из длины пути, который проходит узел H2. Под  $\theta$ -сканированием подразумевается вращение векторов обратной решетки вокруг оси, нормальной к плоскости рассеяния первичного отражения. Такая ситуация схематически изображена на рис. 2 а. Если эпитаксиальный слой содержит превалирующую плотность прямолинейных дислокаций, прорастающих перпендикулярно поверхности (распределение интенсивности вытянуто параллельно поверхности), длина пути узла-диска при пересечении сферы Эвальда зависит от углов между 3-мя направлениями –

Таблица 2. FWHM пиков  $\theta$ -сканирования для разных трехволновых комбинаций (угл.сек)

#	Latitude - level 3				Level 2		Level 1			
	01\bar{1}3	02\bar{2}3	3\bar{1}2\bar{2}	12\bar{3}3	1\bar{1}0\bar{1}	02\bar{2}2	1\bar{1}00	02\bar{2}1	3\bar{1}20	3\bar{2}\bar{1}0
GaN-42	585"	890"	730"	960"	975"	1080"	1060	945	1480	1160
GaN-161	730	1025	995	1100	1215	1110	1190	1080	2060	1710
GaN-72	1280	1490			1940		3160		4670	2960

Рис. 2. Геометрия  $q$ -сканирования в обратном пространстве. А – скetchение сферы Эвальда, содержащие узлы  $H_2$  с широтой уровня 3 и 1. б, с, д – увеличенные участки сферы Эвальда, показывающие путь пересечения узлами сферы Эвальда в процессе  $q$ -сканирования.

волевым вектором вторичной волги  $k_2$ , вектором обратной решетки  $H_2$  и нормалью к поверхности  $n$ . Этот путь (обозначен штриховой линией на рис. 2) тем длиннее, чем меньше широта узла  $H_2$  на сфере Эвальда (ср. рис. 2б и 2с для уровней 3 и 1, соответственно).

Схемы рис. 2 помогают отчасти объяснить и еще один феномен, наблюдавшийся в эксперименте - зависимость уширения  $q$ -пиков от типа дислокационной структуры. Для слоев с хаотической системой дислокаций FWHM  $q$ -пиков всех трехволновых комбинаций как

#### Интегральная интенсивность трехволновых рефлексов для тонких пленок ZnO.

Вообще говоря, измерения трехволновой дифракции (диаграмм Реннигера) выявляют некоторые свойства кристаллических объектов,

правило меньше, чем для регулярной системы прорастающих дислокаций, хотя бы в первом случае пики двухволновой дифракции могли быть заметно шире (и следовательно, плотность дислокаций больше), чем во втором. Из сравнения рис. 2с и 2д видно, что длина пути для узда-диска, перпендикулярного дифракционному вектору (хаотические дислокации) может быть короче, чем для диска, параллельного поверхности (регулярные прямолинейные дислокации).

которые не были заметны при измерениях стандартной двухволновой дифракции.

В табл. 3 помещены результаты измерения двух- и трехволновой дифракции в эпитаксиальных слоях ZnO, выращенных на с-сапфире. Один из слоев (347) был толстым, два других слоя ZnO (33 и 36) имели одинаковую, но

значительно меньшую толщину (0.4  $\mu\text{m}$ .), но отличались друг от друга степенью структурного совершенства.

Таблица 3. Рентгенодифракционные результаты для эпитаксиальных слоев ZnO

	347 (4 $\mu\text{m}$ )	33 (0.4 $\mu\text{m}$ )	36 (0.4 $\mu\text{m}$ )
Ri (0002)- Br	$1.7 \times 10^{-4}$	$6.9 \times 10^{-5}$	$3.6 \times 10^{-5}$
Ri (11-20) - Laue	$1.4 \times 10^{-5}$	$5.1 \times 10^{-6}$	$8.5 \times 10^{-7}$
Ri * (1̄100)/(1̄101)	1580*	420	35
FWHM(0002) $\theta$ -sc	30"	26"	930"
FWHM (10-10) - $\theta$ -sc	50"	60"	370"
FWHM (1̄100)/(1̄101)	1690	3250"	4020"

\*Абсолютная интенсивность в единицах  $I(\text{cps}) \cdot \text{degree}^2$

Интегральная интенсивность Ri двухволнового симметричного брэгговского отражения 0002 не сильно разнилась для обоих тонких слоев (кинематическая теория). Для диаграммы Ренninger пики для более нарушенного образца 36 на порядок меньше, чем для образца 33, это касается всех трехволновых комбинаций. С другой стороны, FWHM как  $\phi$ , так и  $\theta$ -пиков, конечно отличаются для двух слоев, но не столь сильно. Плотности дислокаций, определенные из двухволновой дифракции, отличались примерно на порядок (для краевых прорастающих  $10^9$  для №33 и  $10^{10} \text{ см}^{-2}$  для №36), при этом образцы 347 (толстый слой) и 33 практически не содержали винтовых дислокаций ( $< 10^6$ ), а в слое 36 их было около  $1.5 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$ .

Поскольку толщина слоев такова, что ни первичная, ни вторичная экстинкция не могут внести никакого вклада в интенсивность, остается предположить, что для образца 36 в двухволновой брэгговской и в трехволновой у нас задействованы слои разной толщины.

Для проверки была измерена интегральная интенсивность чистого двухволнового Лаэ-отражения 11̄20. Оказалось, что она много меньше, чем ожидалось для толщины 0.4  $\mu\text{m}$  (получается эффективная толщина 0.1 $\mu\text{m}$ .) и что имело место для образца 33 (см. Табл.3).

Это показывает, что отражение от перпендикулярных к поверхности кристаллических плоскостей идет только от малого подслоя эпитаксиальной пленки. (Это, очевидно, относится и к косым плоскостям тоже, на что указывает падение интенсивности всех трехволновых пиков). В то же время симметричное брэгговское отражение от параллельных поверхности плоскостей идет со всей толщины. Это позволяет предположить, что на глубине мы имеем текстурированный слой, в котором мелкие кристаллиты, а может, и отдельные плоскости развернуты на большие углы вокруг оси  $c$ , но при сохранении направления этой оси.

- [1] M. von Renninger, Z. Phys. **106**, 141 (1937).
- [2] J. M. Sasaki, L. P. Cardoso, C. Campos et al., J. Appl. Phys. **79**, 3492 (1996).
- [3] D. Korytar, C. Ferrari, and Z. Bochnicek, J. Appl. Cryst. **31**, 570 (1998).
- [4] R. O. Freitas, T. E. Lamas, A. A. Quivy, and S. L. Morelha, Phys. Status Solidi A **204**, 2548 (2007)
- [5] J. Blasing and A. Krost, Phys. Status Solidi **201**, 17 (2004).
- [6] M. von der Ahe, Y.S. Ch, N. Kaluza et al., XTOP 2008. 9th Biennial Conference on High Resolution X-ray Diffraction and Imaging, Linz, Austria, September 15–19, 2008; Abstract 96.
- [7] J. Blasing, A. Krost, J. Hertkorn et al., J. Appl. Phys. **105**, 033504 (2009).
- [8] Р.Н.Кюtt . Письма в ЖТФ, т. 36, вып. 15, с. 14-20 (2010)
- [9] Р.Н.Кюtt // ЖТФ, т.81, вып 5, с.81-88 (2011)
- [10] R. N. Kyutt, Tech. Phys. Lett. **38**, 38 (2012).
- [11] R.N.Kyutt, and M.P.Scheglov. Phys.stat.solidi, C 10, 476 (2013)
- [12] Rossmanith, J. Appl. Crystallogr. **33**, 921 (2000).
- [13] E. Rossmanith, Acta Crystallogr. A **62**, 174 (2006).
- [14] E. Rossmanith, Acta Crystallogr. A **63**, 251 (2007).

# ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПРЕЛОМЛЯЮЩИХ ЛИНЗ ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ

И.И. Лятун<sup>1</sup>, А.Ю. Гойхман<sup>1</sup>, П.А. Ершов<sup>1</sup>,  
И.И. Снигирева<sup>2</sup>, А.А. Снигирев<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград

<sup>2</sup> Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция

Начиная с середины 60х годов XX столетия активно развиваются мощные когерентные источники рентгеновского излучения – синхротроны, технология инструментального оснащения которых уже прошла три поколения и сейчас во всем мире идет активный переход на источники 4го поколения с размерами пучка менее ~ 100x50 мкм. С помощью различного рода рентгенооптических элементов эти пучки могут быть сфокусированы в пятна микронных и субмикронных размеров. Различные методы диагностики с использованием жесткого рентгеновского излучения (от 10 до 100 кэВ) обладают огромным потенциалом для исследования структур и материалов наноразмерного масштаба. Поэтому больший интерес представляют элементы рентгеновской оптики, позволяющие производить фокусировку жесткого рентгеновского излучения в пятна субмикронного размера [1].

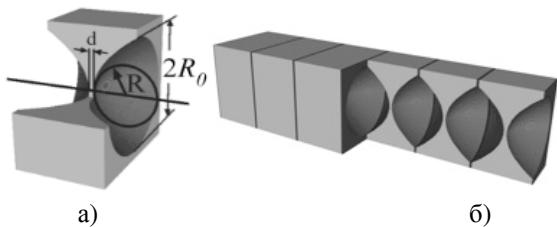


Рис. 1 Элементы рентгеновской оптики: а - одиночная преломляющая двояковогнутая рентгеновская линза с параболическим профилем, б - составная преломляющая рентгеновская линза.

Многокомпонентные преломляющие линзы с параболическим профилем позволяют фокусировать рентгеновское излучение с фокусным расстоянием менее 10 см и субмикронным пятном фокусировки (рис. 1б)

Процесс создания качественной двумерной преломляющей рентгеновской линзы (рис. 1а), составляющей основу преломляющей оптики достаточно трудоёмок. На данный момент основной способ получения двояковогнутой рентгеновской линзы – это технология прессования рентгенопрозрачного материала (Be или Al) с помощью высокоточных наковален параболической формы. Также существуют технологии механического удаления материала до формирования в заготовке параболического углубления, что позволяет создавать линзы имеющие тонкий перешеек. Известно, что существующие преломляющие линзы являются несовершенными, как с точки зрения качества материала, так и с точки зрения качества исполнения формы преломляющей линзы. На пути к созданию рентгеновского микроскопа высоко разрешения и рентгеновской оптики нового поколения в целом необходимо решить две задачи – совершенствования структур и рентгенооптических свойств материала линзы (достижения рентгеногомогенности материала) и совершенствования параболичности и идеальности профиля линзы.

Решение обоих задач требует комплексного материаловедческого подхода с использованием лабораторных диагностик наряду с постановочными синхротронными исследованиями.

В данной работе приведены результаты исследования качества изготовления преломляющих рентгеновских линз. Особая сложность в контроле качества профиля линзы возникает по причине малых размеров физической апертуры линзы 50÷500 мкм.

В ходе работы методом рентгеновской томографии были изучены профили рентгеновских линз диаметром 4 мм и имеющих физическую апертуру 200 мкм. Рентгеновский томограф YXLON Y.Cheetah с острофокусной трубкой с анодом из монокарбида вольфрама (160 КэВ) при достигаемом разрешении в 1 мкм позволяет получать изображения профиля преломляющей рентгеновской линзы с высоким пространственным разрешением.

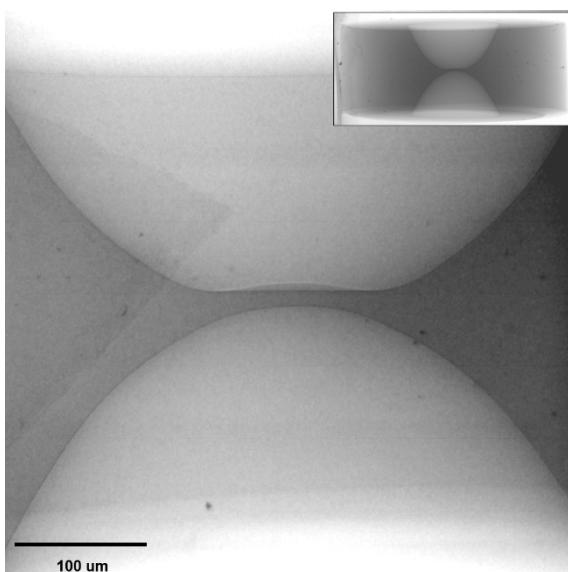


Рис. 2 Рентгеновская томография преломляющей рентгеновской линзы. Линза выполненная методом механического удаления материала.

Линза, представленная на рис. 2 имеет изогнутый перешеек, образовавшийся при механической обработке второй стороны. На рис.3 представлена линза обладающая выраженным смещением параболических профилей друг относительно друга на 6,3 мкм, а так же отклонением формы профиля от параболического на 1,3 мкм.

На основе данных о параметрах профиля линз полученными методом рентгеновской томографии были получены более точные данные о качестве внутренней части поверхности линзы с помощью системы 3D реконструкции (3DSM) детектирования

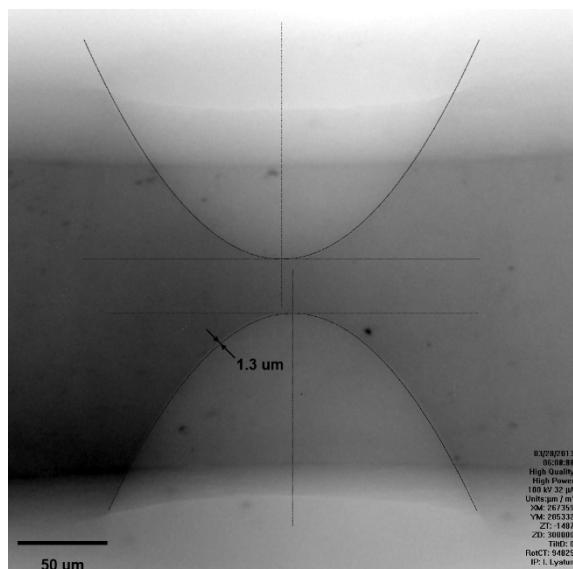


Рис. 3 Рентгеновская томография преломляющей рентгеновской линзы. Линза выполнена методом прессования.

обратнорассеянных электронов в сканирующей электронной микроскопии высокого разрешения.

Используя систему 3DSM, встроенную в сканирующий электронный микроскоп Carl Zeiss Merlin, удалось восстановить трехмерную картину и точный профиль параболического углубления. Система 3DSM основывается на принципе “shape from shading” (форма от затенения), т.е. топография поверхности восстанавливается по градации серого. Всего получают 4 изображения, каждое из которых регистрируется одним из сегментов детектора. Далее изображения обрабатываются специализированным программным обеспечением, что позволяет нам получить трехмерную реконструкцию профиля линзы (рис. 4а и 4б).

Кроме того, в работе представлены результаты исследования линз с искаженным профилем на станции микрооптических исследований ID06 на синхротронном пучке

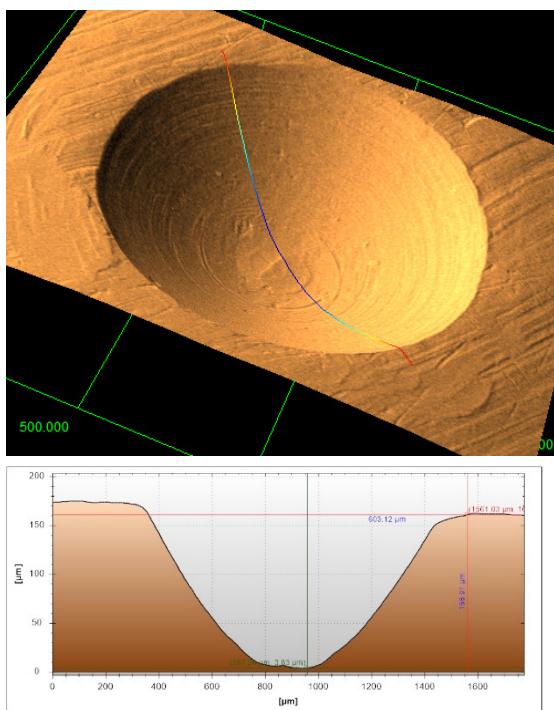


Рис. 4а (верхнее) - 3D реконструкция изображения углубления. Рис. 4б (нижнее) – изображение параболического профиля линзы восстановленного с помощью системы 3DSM.

(в Европейском Центре Синхротронного Излучения ESRF) методом передачи изображения правильной сетки с параметром 40x40 мкм в схеме увеличения изображения объекта через линзу на двумерный детектор. Линзы, обладающие дефектами профиля демонстрируют изображение сетки с искажениями, что говорит об искажении волнового фронта рентгеновского излучения.

Таким образом, в работе продемонстрированы методы лабораторных и синхротронных исследований, и аттестации качества линз для задач рентгеновской оптики.

- [1] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, A. Souvorov, and B. Lengeler, "Focusing High-Energy X Rays by Compound Refractive Lenses," *Appl. Opt.* 37, 653-662 (1998)

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРИСТАЛЛОВ ЛАНГАТАТА РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ

**Н.В. Марченков<sup>1</sup>, А.Е. Благов<sup>1</sup>, Ю.В. Писаревский<sup>1</sup>, О.А. Кондратьев<sup>1</sup>.**

<sup>1</sup> Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН,  
119333, Москва, Ленинский пр-т, 59

*marchenkov@crys.ras.ru*

## **Введение**

Кристаллические материалы широко используются в современной промышленности и технике. Например, кристаллы семейства лантан-галлиевого силиката (лангасит), исследуемые в данной работе, вследствие своих уникальных свойств применяются при конструировании высокотемпературных широкополосных частотных фильтров на поверхностных акустических волнах, датчиках давления (до 600 °C), а также в качестве пьезоэлементов промышленных механо- и температуростойчивых резонаторов. Подобные приборы производятся в промышленных масштабах, что влечет за собой необходимость развития методики контроля степени совершенства структуры используемых кристаллов, которая во многом определяет рабочие характеристики пьезоэлементов, изготовленных на их основе. Кроме того, эти приборы зачастую работают в условиях экстремальных температур и давлений, поэтому практически важной является задача исследования поведения структуры данных кристаллов при наличии различных внешних воздействий (тепловая нагрузка, электрическое поле, внешнее давление). Удобным инструментом, применимым для решения описанных выше задач, являются рентгеновские методики, так как они являются неразрушающими и вы-

сокочувствительными к смещениям атомов из их регулярного положения в кристаллической решетке.

В данной работе было проведено исследование вариации параметра решетки вдоль поверхности кристалла лантан-галлиевого танталата (лангатат) рентгенодифракционным методом с использованием пары рентгеновских рефлексов. Также настоящая работа посвящена развитию данного метода, в частности, его применению для измерения пьезоэлектрических модулей кристаллов средних сингоний [1].

## **Методика измерений.**

Используемый метод основан на прецизионном измерении углового расстояния  $\psi_0$  между пиками кривых дифракционного отражения, соответствующими двум предварительно подобранным рефлексам, для которых в компланарной геометрии выполняются условия, близкие к многоволновой дифракции [2]. Измеряемая в процессе эксперимента величина углового расстояния зависит от значений брэгговских углов используемых рефлексов и угла между соответствующими им системами атомных плоскостей. В соответствии с соотношениями структурной кристаллографии [3] эти углы при фиксированной длине волны рентгеновского излучения определяются параметрами решетки

исследуемого кристаллического объекта. Таким образом, измеряя с высокой точностью угол между положениями кристалла, при которых происходит дифракция на различных системах атомных плоскостей, а затем решая обратную задачу, можно определять значения параметров решетки.

Относительная точность определения изменения параметра решетки при использовании метода пары компланарных рефлексов рассчитывается в соответствии с формулой:  $da/a = \varepsilon \cdot \delta\psi$ , где  $\delta\psi$  – экспериментальная ошибка определения  $\psi_0$ ,  $\varepsilon = |\operatorname{tg}\theta_1 - \operatorname{tg}\theta_2|^{-1}$  – коэффициент, отражающий чувствительность  $\psi_0$  для выбранной пары отражений к малым изменениям параметров решетки. Таким образом, наибольшую точность измерения позволяют получать пары рефлексов с максимальной разницей тангенсов брэгговских углов.

В качестве рефлексов, используемых для настройки компланарной схемы, были выбраны рефлексы (770) и (260). Выбор первого рефлекса обусловлен ориентацией поверхности исследуемого образца, в то время как второй рефлекс был подобран из соображений выполнения условия малости предварительно рассчитанного углового расстояния между пиками КДО используемых отражений ( $\psi_0 < 300$  угл. сек.). Выполнение данного условия обеспечивает высокую точность измерений и локальность метода в силу того что поворот на столь малые углы не приводит к смещению области засветки рентгеновским излучением по поверхности образца. Также данная пара рефлексов обладает высокой чувствительностью к изменениям параметра решётки «*a*» за счет большой разницы тангенсов брэгговских углов используемых отражений и является нечувствительной к параметру «*c*», за счет равенства нулю *l*-ых индексов Миллера. Таким образом, экспериментально измеряя величину углового расстояния между пиками КДО рефлексов

(260) и (770), возможно однозначно определить величину параметра решетки «*a*».

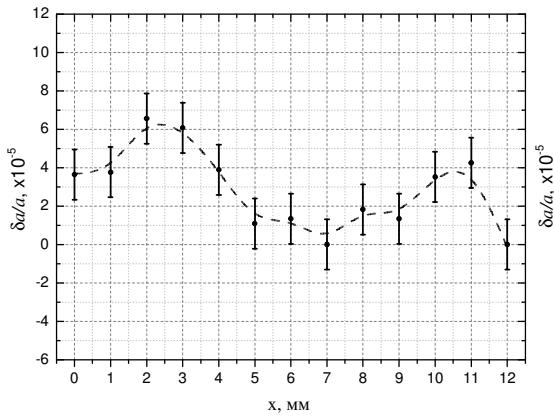
Для изучения гомогенности исследуемого образца было проведено исследование относительной вариации параметра решетки «*a*» вдоль поверхности кристалла лангатата. Для этого угловое расстояние между пиками КДО изменялось в различных точках поверхности кристалла при его последовательном смещении относительно падающего пучка с шагом 1 мм. После этого полученные значения  $\psi_0$  были пересчитаны в величины параметра решетки, вариация которого по поверхности кристалла определяет степень совершенства кристаллической структуры.

Для определения пьезоэлектрических констант кристалла лангатата аналогичным методом было измерено значение параметра решетки в условиях однородного внешнего электрического поля различной полярности, а также при его отсутствии. Отношение изменения параметра решетки к величине напряженности электрического поля, вызывающего это изменение, определяет значение пьезомодуля кристалла.

### Результаты и обсуждения

Эксперименты проводились на стандартном рентгеновском спектрометре ТРС-К с использованием двухкристальной схемы рентгеновской дифракции. Источником излучения служила рентгеновская трубка с молибденовым анодом. В качестве монохроматора был использован монокристалл Si(440), который подбирается таким образом, чтобы свести к минимуму эффект дисперсионности рентгенооптической схемы для одного из используемых рефлексов (в данном случае для рефлекса (260)). Регистрация интенсивности рефлексов осуществлялась двумя сцинтилляционными (NaI) детекторами с использованием независимых каналов счета

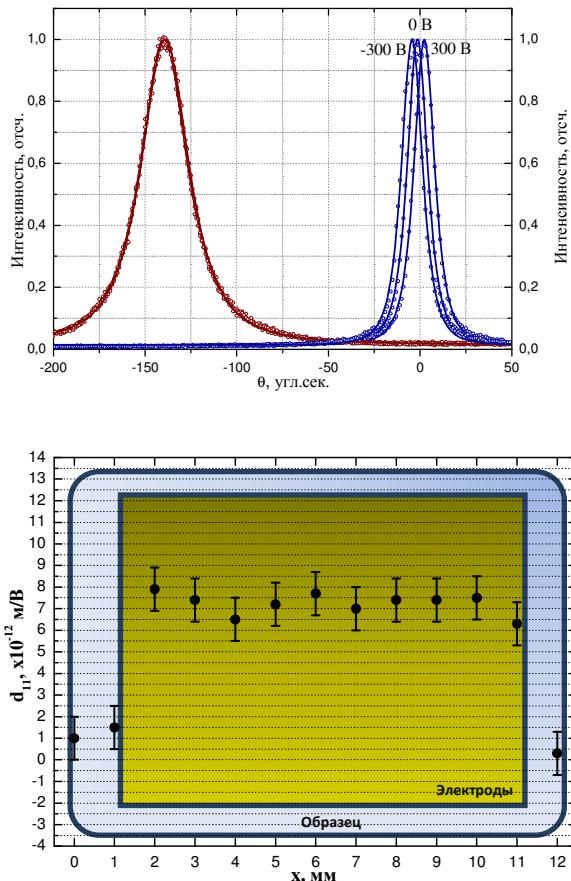
Результаты исследования гомогенности кристалла лантан-галлиевого танталата представлены на рис. 1. На основании полученных значений можно сделать вывод, что относительная вариация параметра решетки « $a$ » по длине исследуемого образца не превышает  $8 \cdot 10^{-5}$ , что говорит о высокой степени его однородности. Исходя из этих результатов, можно сделать вывод о том, что с точностью  $10^{-4}$  исследуемый кристалл лангатата можно считать гомогенным (рис.1), т.е. утверждать, что параметр кристаллической решетки является постоянной величиной.



Результаты, полученные в ходе эксперимента по определению пьезомодуля  $d_{11}$  кристалла лагатата, представлены на рис. 2. На основании этих данных было определено изменение углового расстояния  $\psi_0$  между пиками КДО рефлексов (260) и (770) при воздействии на исследуемый образец электрическим полем различной полярности, которое при пересчете в относительную вариацию параметра решетки позволило рассчитать величину пьезомодуля  $d_{11} = (7,2 \pm 0,6) \cdot 10^{-12} \text{ м/В}$ .

Комплексное применение метода пары компланарных рефлексов для изучения вариации параметра решетки по кристаллу и для определения значений пьезомодулей лангатата дало возможность провести исследование распределения пьезомодуля вдоль длины образца (см. рис.3). Полученные данные свидетельствуют о том, что в пределах погрешностей вели-

чина пьезомодуля  $d_{11}$  лантан-галлиевого танталата является постоянной по длине кристалла.



Подобные исследования являются особенно актуальными при исследовании пьезоэлектрических свойств кристаллов с варьирующимся составом, а также могут применяться для исследования краевых эффектов на границе областей поверхности кристалла, покрытой электродом и без него.

#### Список литературы.

1. А. Е. Благов, Н. В. Марченков, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков, М. В. Ковалчук // Кристаллография. 2013. Т. 58. № 1. С. 28–33.
2. А. Е. Благов, М. В. Ковалчук, В. Г. Кон, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков // Кристаллография. 2010. Т. 55. № 1. С. 12–17.
3. М. П. Шаскольская. Кристаллография. Москва. «Высшая школа». 1984. 375 с.

# IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ МОДИФИКАЦИЙ ОРГАНИЧЕСКИХ СИСТЕМ НА ПОВЕРХНОСТИ ЖИДКОСТИ

**М.А. Марченкова<sup>1</sup>, Ю.А. Дьякова<sup>1</sup>, А.Ю. Серегин<sup>1</sup>, А.В. Рогачев<sup>2</sup>,  
Е.Ю. Терещенко<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, 119333, Москва, Ленинский пр-т 59

<sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1

## Введение

Органические системы являются основой органической микроэлектроники (сверхтонкие диэлектрические покрытия, органические полупроводники), применяются для создания различных хемо- и биосенсоров, используются для биомедицинских и биофизических исследований, в том числе для моделирования биологических мембран.

На данный момент существует несколько основных подходов к созданию тонких пленок из органических материалов (осаждение органических молекул в вакууме, нанесение полимерных пленок с помощью центрифуги и др.). Одним из методов контролируемого послойного создания органических систем является метод Ленгмюра-Блоджетт (ЛБ). Для успешного применения метода ЛБ, необходимо на первой стадии – формировании ленгмюровского монослоя на поверхности жидкости, иметь информацию о его структуре и структурных модификациях.

Кроме того, с помощью ленгмюровских монослоев можно получать адекватные модели биологических мембран. Например, при формировании липидного слоя на поверхности субфазы, содержащей белок, возможно моделирование процесса взаимодействия белков с липидными мембранами, который может меняться под действием лекарств, повреждающих реагентов и других внешних условий. In-situ исследования таких систем на поверхности жидкости могут позволить ответить на ряд вопросов о процессах, протекающих в живых клетках.

Целью работы являлось in situ изучение поведения различных типов органических систем на поверхности жидкости методами стоячих рентгеновских волн в области полного внешнего отражения (СРВ в области ПВО) и брюстеровской микроскопии (ВАМ).

## Материалы и методы

В качестве тестовой системы использовали монослои стеариновой кислоты, как классическую модельную систему для исследования органических систем. Для формирования монослоев жирной кислоты на поверхность субфазы ( $5 \times 10^{-5}$  M ZnCl<sub>2</sub>, pH 5,3) наносили раствор стеа-

риновой кислоты в хлороформе с концентрацией 0,5 мг/мл. Сформированные монослои исследовались при поверхностном натяжении 25 МН/м.

Вторая исследуемая система представляла собой монослои ZnDHD6ee – ковалентно связанной порфирин-фуллереновой диады, имеющей две гидрофильных группы, присоединенных к порфириновому кольцу (рис.1). Данные монослои формировали на поверхности субфазы путем нанесения раствора ZnDHD6ee в хлороформе с концентрацией 0,33 mM на поверхность Na-fosfatного буфера (pH 7,5). Сформированные монослои исследовались при поверхностном натяжении 12 МН/м.

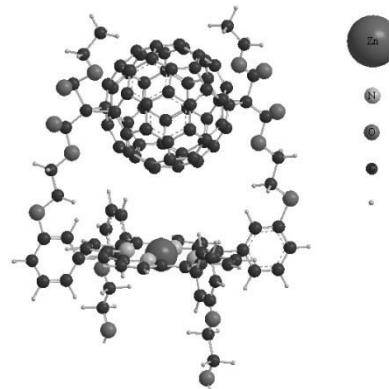


Рис.1. Модель молекулы ZnDHD6ee.

Третью систему – модель биомембранны, состоящей из монослоя липидов (молекул кардиолипина (CL) и димиристоилфосфатидил-холина (DMPC)) и гемсодержащего белка CytC – исследовали для определения характера взаимодействия белка с липидным монослоем. Молекула CytC содержит комплекс железа, что делает возможным исследовать взаимодействие белка с липидным монослоем методом СРВ. Для формирования монослоев смеси липидов их растворы в хлороформе с концентрацией 0,6 мг/мл наносили на поверхность субфазы Na-fosfatного буфера pH 7,5, содержащей  $5 \times 10^{-8}$  M белка CytC. Соотношение CL и DMPC в монослое – 1:4. Сформированные исследовались при поверхностном натяжении 15 МН/м.

В настоящей работе для in situ исследования структурных перестроек различных типов многокомпонентных органических систем применяли оптический метод брюстеровской микро-

скопии и рентгеновский метод – СРВ в области ПВО [1-3]. Метод ВАМ дает информацию о латеральной однородности, фазовом поведении и морфологии пленки в процессе ее формирования на микроуровне. Метод СРВ в области ПВО, предполагающий одновременную регистрацию угловых зависимостей рентгеновского отражения и выхода флуоресценции, позволяет получить информацию о профиле электронной плотности по нормали к поверхности и определить распределение в системе различных видов атомов по нормали к поверхности. Применение комплекса этих методов позволяет исследовать структурные изменения многокомпонентных систем, как в плоскости, так и перпендикулярно к поверхности жидкости.

Исследования органических систем с помощью ВАМ проводились на автоматизированной ленгмюровской ванне MiniTrough (KSV), совмещенной с брюстеровским микроскопом.

Исследования методом СРВ в области ПВО проводились на станции «Ленгмюр» КЦСИиНТ с использованием ленгмюровской ванны Nima 601.

## Результаты и обсуждения

Проведенные исследования монослоев стеариновой кислоты на поверхности водного раствора солей цинка методом СРВ в области ПВО (рис. 2а) позволили восстановить профиль распределения атомов Zn. Наличие тонкого слоя атомов цинка на границе раздела пленка/субфаза можно объяснить формированием стеаратов цинка, поскольку нанесение жирных кислот на растворы солей металлов приводит к образованию солей жирных кислот. С течением времени (3 часа) профиль распределения атомов Zn уширяется (рис. 2б), что может быть объяснено появлением трехмерных кластеров – областей поверхности, в которых монослой трансформируется в бислой.

Результаты исследования монослоев ZnDHD6ee представлены на рис.3 [4]. Рентгенофлуоресцентные измерения (методом СРВ) показали, что молекулы порфирина-фуллереновой диады образуют монослои со преимущественной ориентацией, не меняющейся со временем (рис.3а). Молекулы ориентированы порфириновым кольцом к поверхности воды: выход ZnK<sub>α</sub> флуоресценции соответствует распределению атомов цинка на нижней границе монослоя (рис. 3б).

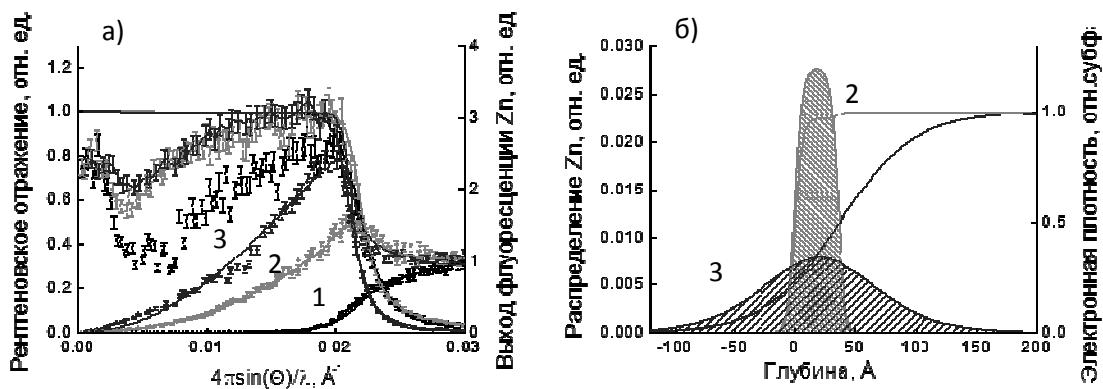


Рис.2. Угловые зависимости зеркальной компоненты рентгеновского отражения и выхода ZnK<sub>α</sub> флуоресценции от монослоя стеариновой кислоты на поверхности субфазы  $5 \times 10^{-5} \text{ M ZnCl}_2$  (а) на различных стадиях и восстановленные профили распределения Zn (заштрихованные области) и электронной плотности по глубине (б). Стадии: 1 – субфаза без монослоя; 2 – монослой сразу после формирования; 3 – сформированный монослой, выдержаный в течение 3 часов.

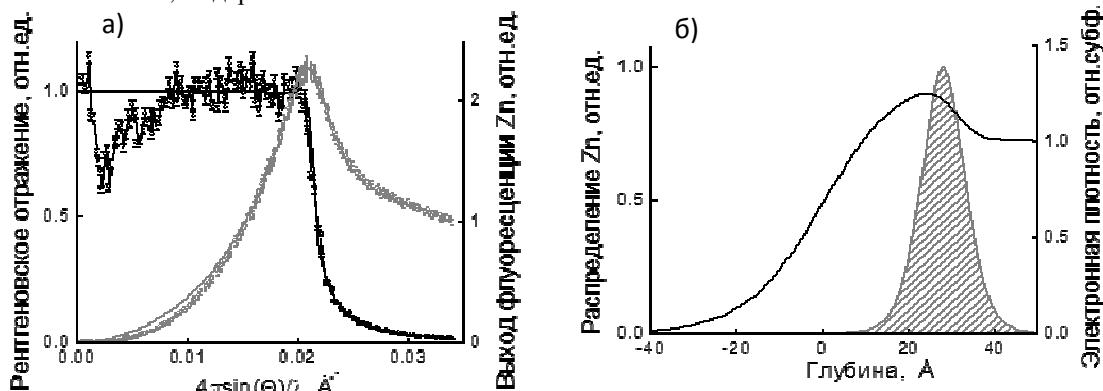


Рис.3. Угловые зависимости зеркальной компоненты рентгеновского отражения и выхода ZnK<sub>α</sub> флуоресценции от монослоя ZnDHD6ee на поверхности субфазы (а) и восстановленный профиль распределения Zn и электронной плотности по глубине (б).

Проведенные исследования на модельной биомембране представлены на рис.4. Угловые зависимости рентгеновского отражения и выхода FeK<sub>α</sub> флуоресценции от субфазы, содержащей раствор белка, в отсутствие липидного монослоя (рис. 4, кривая 1) показывают равномерное распределение белка в объеме субфазы. При нанесении монослоя липидов на поверхность субфазы сигнал от FeK<sub>α</sub> соответствует распределению атомов железа в виде тонкого слоя (рис. 4, кривая 2), что может быть объяснено перемещением молекул белка CytC к границе монослой/субфаза и частичным встраиванием его в монослой.

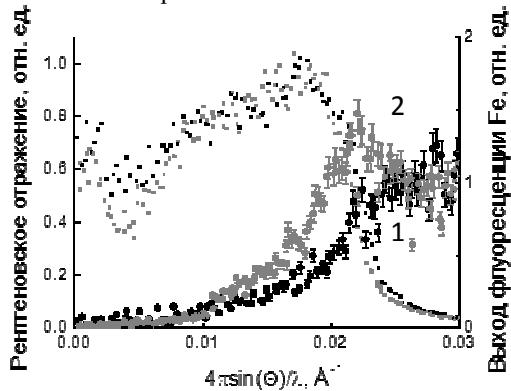


Рис.4. Угловые зависимости зеркальной компоненты рентгеновского отражения и выхода FeK<sub>α</sub> флуоресценции от монослоя Cl+DMPC (1:4) на поверхности субфазы, содержащей раствор белка, на различных стадиях : 1 – субфаза без монослоя; 2 –сформированный монослой, выдержанный в течение 1 часа).

Предположение о встраивании белка в монослой липидов подтверждается кривыми стабилизации монослоя (рис.5) – зависимостями площади поверхности, приходящейся на одну молекулу, от времени при фиксированном поверхностном натяжении. При отсутствии белка в субфазе (рис. 5, кривая 1) площадь монослоя не изменяется с течением времени, однако при введении белка в субфазу площадь, приходящаяся на молекулу, начинает расти (рис. 5, кривые 2,3), что объясняется встраиванием белка в липидный монослой.

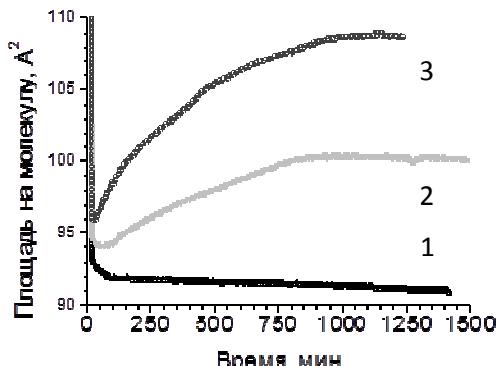


Рис.5. Кривые стабилизации монослоя Cl+DMPC (1:4) на субфазах с различным содержанием белка CytC: 1 – субфаза без белка CytC; 2 – 320 мкл 0,1 мг/мл CytC; 3 – 640 мкл 0,1 мг/мл CytC.

## Выводы

Исследованы три органические системы, отличающиеся по своему составу. Обнаружено что характер изменения структуры данных систем на границе раздела жидкость-воздух отличается во времени. Монослои стеариновой кислоты на поверхности водного раствора солей цинка перестраиваются с течением времени. Обнаружено, что молекулы ZnDHD6ee образуют стабильные по времени монослои. Для белково-липидной системы монослоем CL + DMPC (1:4) / CytC было показано, что сразу при нанесении монослоя белок из субфазы начинает встраиваться в монослой.

Таким образом, проведенные исследования показывают возможность применения метода СРВ в области ПВО для проведения *in situ* исследований структурных перестроек органических систем на поверхности жидкости.

## Благодарности

Авторы благодарят С.Н. Якунина за помощь в экспериментах на станции «Ленгмюр» КЦСИИТ.

- [1] Emanuel Schneck, Erzsebet Papp-Szabo, Bonnie E. Quinn et al.// Journal of the Royal Society Interface.2009.Vol.6.P.671-678
- [2] S. Zheludeva, N. Novikova, N. Stepina, E. Yurieva et al.// Spectrochimica Acta Part B. 2008.Vol. 63.-P.1399–1403
- [3] Natalia N. Novikova, Eleonora A. Yurieva, Svetlana I. Zheludeva, Michail V. Kovalchuk et al.// J. Synchrotron Rad. 2005.Vol.12.-P.511–516
- [4] А.Ю. Серегин, Ю.А. Дьякова, С.Н. Якунин, И.А. Махоткин, А.С. Алексеев и др. // Кристаллография. Принято в печать. (2013)

## НОВЫЕ СИСТЕМЫ РЕГИСТРАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

А.Г. Мкртчян<sup>1</sup>, А.Р. Мкртчян<sup>1</sup>, А.С. Багдасарян<sup>2</sup>, В.Р. Кочарян<sup>1</sup>, Г.А. Айвазян<sup>1</sup>,  
В.В. Налбандян<sup>1</sup>, Т.Г. Довлатян<sup>1</sup>, А.Е. Мовсисян<sup>1</sup>, О.Р. Мурадян<sup>1</sup>, С.А. Миракян<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт прикладных проблем физики НАН РА

<sup>2</sup>Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН

Гр. Нерсисян 25, Ереван, Армения, e-mail: hmuradyan@mail.ru

В настоящее время ведутся работы по созданию быстродействующих высокоэффективных регистрирующих систем заряженных частиц, однако большинство исследований проводятся с целью модернизации существующих регистрирующих систем. Работа является продолжением цикла исследований по созданию принципиально новых систем регистрации гамма квантов с энергией 0.2-130кэВ [1-3].

При регистрации фотонов максимально возможная эффективность детектора задается формулой  $\eta=1-e^{-\mu d}$ , где  $\eta$ -эффективность регистрации,  $d$ -толщина рабочего слоя,  $\mu=\mu_\phi+\mu_\pi+\mu_p$  - полный коэффициент поглощения фотонов, в котором  $\mu_\phi$ -коэффициент фотоэлектрического поглощения,  $\mu_\pi$ -поглощение при Комptonовском рассеянии и  $\mu_p$  - коэффициент поглощения при образование пар. При нашем случае можно пренебречь составляющим  $\mu_p$ , из-за малых значений энергии гамма квантов. Эффективность регистрации существенно зависит от заряда ядра Z вещества и

увеличения значений коэффициента регистрации. При сравнительно малой толщине необходимо использовать вещества с большим зарядом ядра. С учетом этих факторов и уменьшения воздействий возникающих в рабочем слое поляризационных явлений влияющих на быстродействие детекторов, были синтезированы композиционные материалы разной относительной плотности и степенью периодичности, состоящие из щелочно-галоидных соединений, серебра и оксидов кремния. Исследования проводились на синтезированных нами композиционных средах  $CsIAgSiO$  и  $CsIAGSiO_2$  с относительной плотностью 1-3% разной толщины и разной концентрацией составных веществ.

В качестве источника излучения были использованы стандартные источники гамма квантов  $^{55}Fe$ ,  $^{57}Co$ , и  $^{241}Am$  перекрывающие практически весь исследуемый энергетический диапазон и рентгеновская установка ДРОН со средней энергией в спектре 60КэВ.

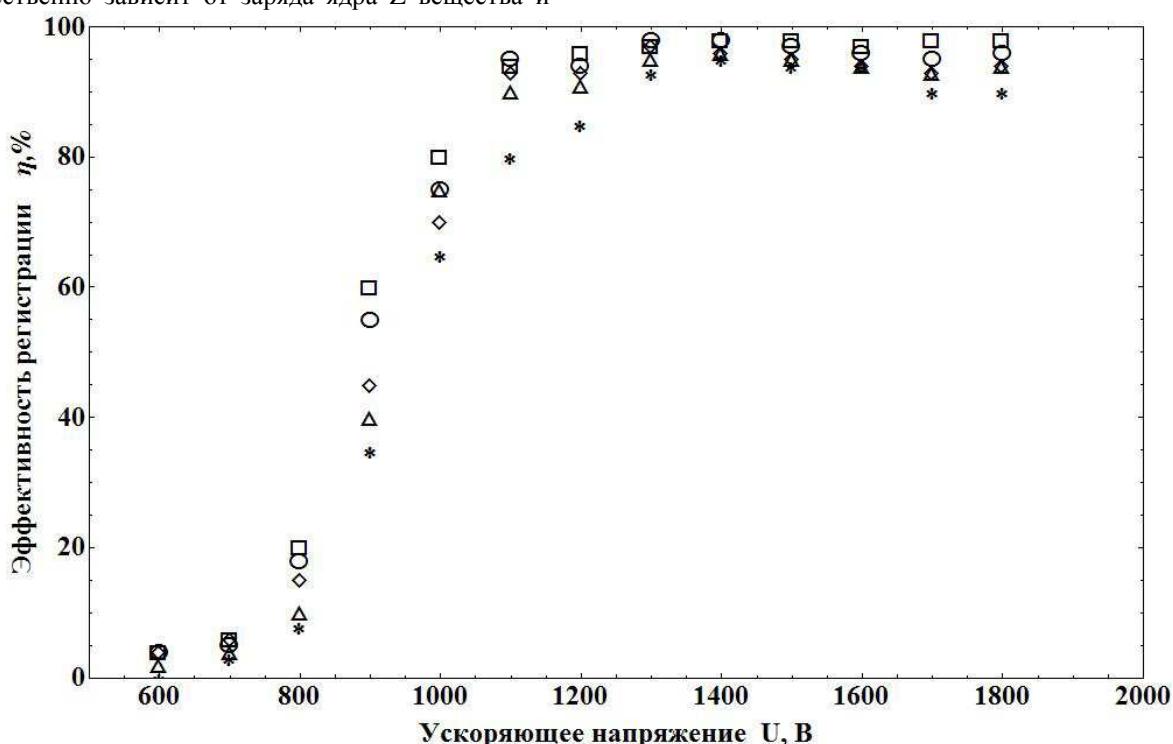


Рисунок 1 Зависимость эффективности регистрации гамма квантов от ускоряющего напряжения для энергии гамма квантов  $\square$  - 5,9кэВ,  $\circ$  - 14.4кэВ,  $\diamond$  - 17.7кэВ,  $\Delta$  - 59.5кэВ и \*- 122кэВ соответственно.

Были исследованы эффективность регистрации, быстродействие и время непрерывной стабильной работы созданных детекторов при регистрации рентгеновского излучения в области энергий до 130 кэВ. Перед каждым измерением определялся уровень шумов при отсутствии облучения.

На рис. 1 приведены экспериментальные результаты при регистрации гамма квантов с энергией 5,9кэВ, 14.4кэВ, 17.7кэВ, 59.5кэВ и 122кэВ при рабочем веществе с относительной плотностью 2% и толщиной 2мм.

Скорость счета детектора исследовалась под пучком рентгеновской установки ДРОН-М5 при потоке  $\sim 10$  част/сек.см<sup>2</sup>. При средней энергии гамма квантов 60кэВ оказалось, что с увеличением интенсивности пучка до  $2 \times 10^8$  част/сек.см<sup>2</sup> счет детектора линейно с интенсивностью пучка растет. Далее линейность нарушается, и регистрация детектора стремится к насыщению, что связано с недостаточным быстродействием используемых в созданных электрических приборах электронных компонентов.

Стабильность работы детектора при непрерывной его работе была исследована при напряжении питания  $U=1500$ В. В течения 240 часов непрерывной работы все параметры детектора оставались стабильными, т.е. быстродействие  $> 2 \cdot 10^8$  част/сек. см<sup>2</sup>, уровень шумов  $\sim 0.2^{-1}$  сек., эффективность регистрации гамма квантов с энергией 60кэВ~97%, при энергии квантов 14.4кэВ составляет 98%.

Как показали измерения, эффективность регистрации квантов составила 98% и 95%

соответственно для энергий  $E_\gamma = 14.4$ кэВ и 122кэВ, что совпадает с теоретическими расчетами. В ходе исследований не было зарегистрировано 100% эффективности, так как не все кванты взаимодействуют с пористым веществом детектора. Очевидно, что с увеличением толщины вещества детектора будет иметь место 100% эффективность регистрации.

Таким образом, по результатам полученным в исследовательской работе, можно прийти к следующему основному выводу: можно создать принципиально новые детекторы для рентгеновского излучения на основе явления дрейфа и размножения электронов в пористых диэлектриках и полупроводниках, находящихся в внешнем ускоряющем электрическом поле.

### Литература

- [1] A.H. Mkrtchyan, R.H. Ghajoyan, Kh.S. Mehrabyan, G.R. Harutyunyan, H.M. Hovhanessian, A.Gh. Balyan, G.A. Ayvazyan. V International Symposium Radiation from Relativistic Electrons in Periodic Structures, September, 2001.
- [2] А.Г. Мкртчян, Г.А. Айвазян, В.В. Налбандян, М.М. Мирзоян, А.Н. Саргсян, А.А. Аршакян. Известия НАН Армении, Физика, т.40, №3, с.200-208 (2005)
- [3] A.H. Mkrtchyan, A.S. Bagdasaryan, A.S. Ayvazyan, T.G. Dovlatyan, V.V. Nalbandyan, H.R. Muradyan, A.H. Aslanyan, S.A. Mirakyan. Proceedings, International Conference On Electrons, Positrons, Neutrons and X-Rays Scattering Under External Influences, Yerevan-Meghri, Armenia, p.159-161, 2009.

## NEW X-RAYS REGISTRATION SYSTEMS

A.H. Mkrtchyan<sup>1</sup>, A.R. Mkrtchyan<sup>1</sup>, A.S. Bagdasaryan<sup>2</sup>, V.R. Kocharyan<sup>1</sup>, G.A. Ayvazyan<sup>1</sup>, V.V. Nalbandyan<sup>1</sup>, T.G. Dovlatyan<sup>1</sup>, A.E. Movsisyan<sup>1</sup>, H.R. Muradyan<sup>1</sup>, S.A. Mirakyan<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institute of Applied Problems of Physics NAS RA

<sup>2</sup>Kotelnikov Institute of Radio Engineering and Electronics of RAS

Hr. Nersisyan str. 25, Yerevan, Armenia, e-mail: hmuradyan@mail.ru

Results of experimental investigations on development and creation of new generation of detectors of gamma quanta with energy from 3кэВ to 130кэВ, operating based on the phenomenon of birth, drift and multiplication of secondary electrons in porous media are presented. By the aim of conduction appropriate experimental investigations, new composite materials CsIAgSiO and CsIAgSiO<sub>2</sub> of different relative density and different concentration of composite substances have been synthesized. It is shown, that the synthesized media with certain parameters can be utilized as basis for X-rays detector with 100% registration efficiency.

# Характеризация методом просвечивающей электронной микроскопии многослойных гетероструктур III-N на кремниевых подложках

**Мясоедов А.В., Сахаров А.В., Николаев А.Е., Лундин В.В., Калмыков А.Е., Сорокин Л.М.**

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Политехническая 26, Россия

Нитрид галлия является перспективный материалом для электронной промышленности. Уже сейчас структуры на его основе широко применяются в светоизлучающих, высокочастотных и силовых приборах. Этому сильно способствуют последние успехи в получении качественных слоёв нитрида-галлия на таких подложках как сапфир и карбид кремния. В настоящее время большой интерес представляет – возможность получения качественных III-N слоёв на кремневых подложках большого диаметра.

В данной работе методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) были исследованы два образца с приборными структурами: *a*- светоизлучающая и *b*-транзисторная с целью выявления особенностей формирования в них дефектной структуры. Изначально для обоих образцов на кремневой подложке с ориентацией (111) методом газофазной эпитаксии из металлоганических соединений были выращены: тонкий слой AlN 70 нм, затем слой AlGaN1 толщиной 230 нм и содержанием алюминия 94% и 6 слоёв AlGaN2-7 с последовательным уменьшением содержания алюминия до 4%.

**Таблица 1. Структурная модель исследуемых образцов**

a		b	
Слой	d (nm)	Слой	d (nm)
Si(111)		Si(111)	
AlN	70	AlN	70
AlGaN1	230	AlGaN1	230
AlGaN2-7	140	AlGaN2-7	140
GaN	500	GaN	900
InGaN/GaN	(1/1) x12	AlN	1
GaN/InGaN	(8/3) x2	AlGaN 30%	25
AlGaN 20%	10	GaN	5
GaN	180		

Для образца *a* далее была выращена светоизлучающая структура со сверхрешёткой InGaN/GaN (1/1 x12 нм). В случае образца *b* был выращена структура GaN/AlN/AlGaN/GaN. Структурная модель образцов, заложенная технологической картой, приведена в таблице 1. Значения концентрации алюминия в составе слоёв AlGaN1-7 указаны в таблице 2.

**Таблица 2. Концентрация алюминия в промежуточных слоях**

Al <sub>x</sub> Ga <sub>1-x</sub> N	x
AlGaN1	0.94
AlGaN2	0.78
AlGaN3	0.54
AlGaN4	0.32
AlGaN5	0.23
AlGaN6	0.12
AlGaN7	0.04

Для проведения электронно-микроскопических исследований были приготовлены поперечные срезы данных образцов методом механической шлифовки с последующим утончением ионным травлением на установке Gatan Precision Ion Polishing System при ускоряющем напряжении 4 кВ и углах травления 5-6 градусов. Исследование образцов проводилось на электронном микроскопе Philips EM420 при ускоряющем напряжении 100 кВ.

Оба образца имели гладкую поверхность интерфейсной границы с кремниевой подложкой и высокую плотность дислокаций вблизи неё. Анализ электронограмм (рис. 1), снятых с области интерфейса, как для образца *a*, так и для образца *b* показал, что слои являются эпитаксиальными и имеются следующие эпитаксиальные соотношения:

$$\text{Si}(111)\parallel\text{AlN}(0001)\parallel\text{AlGaN}(0001)$$

$$\text{Si}[1\bar{1}0]\parallel\text{AlN}[11\bar{2}0]\parallel\text{AlGaN}[11\bar{2}0].$$

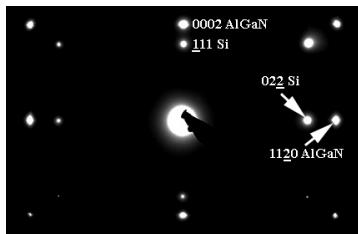


Рис. 1. Типичная электронограмма, снятая с области интерфейса Si(111)/AlN/AlGaN

Из электронно-микроскопических данных следует, что измеренные толщины большинства слоев в обеих структурах отличаются в большую сторону от таковых, заложенных структурной моделью (табл.1). Суммарная толщина эпитаксиальных слоев для образца *b* превышает соответствующую толщину по технологической карте на 10%, для образца *a* – на 30%, что превышает ошибку измерения толщины по электронно-микроскопическим снимкам. Причина такого различия в толщинах пока не установлена.

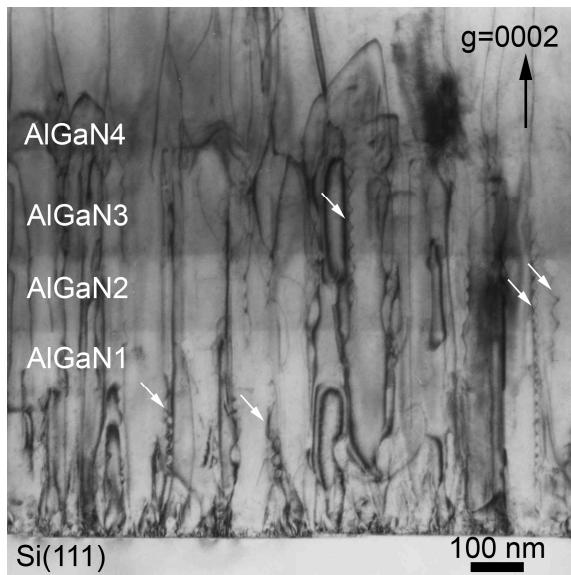


Рис. 2. ЭМ изображение слоёв AlGaN и области интерфейса с подложкой образца *b*. Стрелками указаны геликоидальные дислокации.

Анализ области с трёхкомпонентными слоями AlGaN показал, что большая часть прорастающих дислокаций останавливается на слое AlGaN4 с концентрацией алюминия 34% (рис. 2). Плотность прорастающих дислокаций в слоях AlGaN-3 составляет  $\sim 5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ , в последующих слоях плотность дислокаций уменьшилась на 1-2 порядка. Так же в слоях AlGaN1-3 выявлены геликоидальные (спиральные) дислокации, которые полностью останавливаются на слое AlGaN4. Они,

возможно, возникли в результате взаимодействия винтовых дислокаций с точечными дефектами.

Начиная со слоя AlGaN4, на их изображении для образцов *a* и *b* наблюдается квазиинтерференционные полосы, обусловленные, по-видимому, спонтанной модуляцией состава с периодом 6 нм (Рис. 3). Впервые спонтанная модуляция состава в полупроводниковых твердых растворах наблюдалась С.К. Максимовым и др. [1] и сравнительно недавно в [2]. Более подробно явление спонтанной модуляции состава в бинарных сплавах рассмотрено в [3].

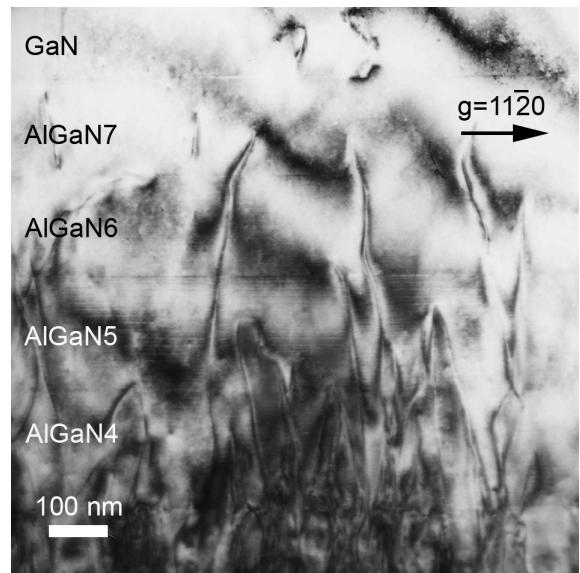


Рис. 3. ЭМ изображение слоёв AlGaN для образца *a*.

Плотность винтовых дислокаций в слое GaN, расположенном ниже активной области структуры образца *a* составляет  $\sim 8 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Они же и вносят основной вклад в общую плотность дислокаций в этой области (рис. 4a,b). Как видно из рис. 4a,b, наибольшее количество дислокаций проявляется при дифракционном векторе  $g=11-20$ . При дифракционном векторе  $g=0002$  часть дислокаций удовлетворяет условию погасания  $g \cdot b = 0$ . На рис. 4a в области сверхрешеток наблюдается сильный деформационный контраст, который может быть связан с контрастом от полей напряжений близко расположенных малых частиц-прецесситов. Их появление, возможно, связано с распадом твердого раствора в слое InGaN – с сегрегацией атомов In. В пользу данного заключения свидетельствует рис. 4b, полученный в отражении  $g=11-20$ . На нем вышеуказанный контраст существенно уменьшился за счет того, что большая часть полей смещения около прещипитатов (неоднородностей состава в слое

InGaN) при данном дифракционном векторе стали удовлетворять условию погасания контраста. Верхний слой GaN образца *a* имеет неровную поверхность, максимальная и минимальная толщина слоя составляет 400 и 200 нм соответственно.

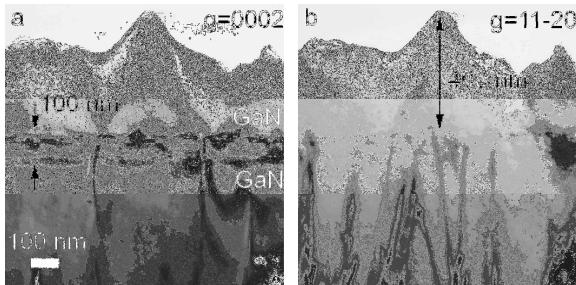


Рис. 4. Изображения активной области образца *a*. *a* – для случая с действующим отражением  $g=0002$  и *b* – для случая с отражением  $g=11-20$ .

На рис.5 представлено изображение поперечного среза эпитаксиальных слоев образца *b*. Видно, что концентрация дислокаций заметно снижается при приближении к верхним слоям. Эти слои имеют гладкие границы, а суммарная их толщина составляет  $\sim 30$  нм.

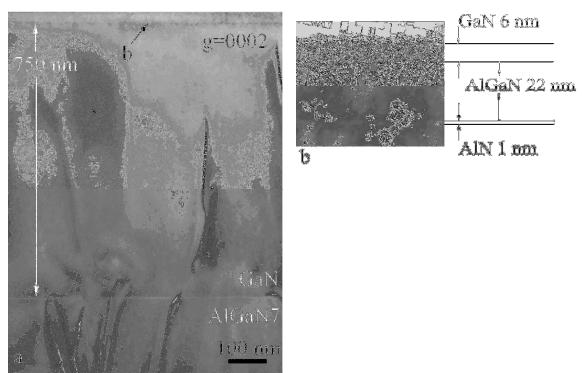


Рис. 5. *a* - изображение активной области образца *b*, *b* – увеличенное изображение тонких слоёв, указанных на рис. 5а стрелкой.

Таким образом, анализ электронно-микроскопических изображений поперечных срезов образцов *a* и *b* показал, что как в светоизлучающей, так и транзисторной структурах плотность дислокаций существенно уменьшается за счет встраивания градиентных слоев AlGaN. Если вблизи подложки плотность дислокаций составляет  $\sim 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ , то в рабочих слоях она снижается почти на 2 порядка.

- [1] Э.А. Ильин, С.К. Максимов, ЖТФ, т. 56, в. 11, 1986
- [2] Min Gao, S.T. Bradley, Yu Cao, D. Jena, Y. Lin, S.A. Ringel, J. Hwang, W.J. Schaff, L.J. Brillson, J. Appl. Phys. 100, 103512 (2006)
- [3] Хачатурян А.Г., Сурис Р.А. Кристаллография, 1968, т.13, вып.1, с.83-89.

# АНАЛИЗ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ $ZnGeP_2$ ПРЯМЫМИ ФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

А.О. Окунев<sup>1</sup>, Г.А. Верозубова<sup>2</sup>, В.А. Стащенко<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого,  
ул. Б. Санкт-Петербургская, 41, 173003 Великий Новгород, Россия

<sup>2</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт мониторинга климатических и экологических систем  
Сибирского отделения РАН, пр. Академический, 10/3, 634055 г. Томск, Россия

Монокристаллы  $ZnGeP_2$ , полупроводникового соединения из группы  $A^2B^4C_2$ , являются одним из наиболее важных нелинейно-оптических материалов ИК-диапазона благодаря своим уникальным оптическим и нелинейно-оптическим свойствам. Материал имеет потенциально широкий диапазон прозрачности в средней ИК области спектра (0.65–12 мкм), высокое значение диэлектрической восприимчивости второго порядка ( $d_{36} = 75 \cdot 10^{-12}$  м/В), двупреломление, достаточное для фазового согласования, слабую температурную зависимость показателей преломления и относительно высокую удельную теплопроводность [1]. Наиболее сильно преимущества кристаллов  $ZnGeP_2$  раскрываются при создании когерентных источников оптического излучения, перестраиваемых по частоте в широком диапазоне длин волн – 2.5–11 мкм (параметрических генераторов света). Такие источники являются важными составными частями оптических приборов и систем с новыми, нетрадиционными функциями, имеющими большое практическое значение [2]. Более широкое использование  $ZnGeP_2$  в нелинейной оптике в значительной мере зависит от успехов в выращивании монокристаллов  $ZnGeP_2$  высокого структурного и оптического качества.

Литературные данные о реальной структуре монокристаллов  $ZnGeP_2$  ограничены, информация о влиянии на неё кристаллографической ориентации направления роста и термических условий выращивания практически отсутствует. Возможностям рентгеновской топографии и поляризационно-оптического анализа при исследовании  $ZnGeP_2$  посвящены наши работы [3–7]. В данной работе проводится сравнение структурного совершенства слитков, выращенных вертикальным методом Бриджмена [8] в Институте мониторинга климатических и экологических систем (ИМКЭС) и Харбинском технологическом университете (НИТ).

Методом рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) в кристаллах  $ZnGeP_2$  выявляются все типы дефектов кристаллической решетки: трехмерные или объемные (поля макронапряжений, сетки дислокаций, границы блоков, макровключения), двухмерные или плоскостные (двойники, дефекты упаковки), одномерные или линейные (индивидуальные дислокации), квазиточечные (микродефекты, т.е. микровключения и малые дислокационные петли), полосы сегрегационной неоднородности.

Для получения топограмм методом РТБ необходимо наличие достаточно совершенных образцов (плотность дислокаций  $N_d < 10^3 \text{ см}^{-2}$ ), удовлетворяющих условию  $\mu_0 t \gg 1$ , где  $\mu_0$  – обычный линейный коэффициент поглощения ( $\text{см}^{-1}$ ),  $t$  – толщина образца (см). Для  $ZnGeP_2$  толщина образцов должна составлять 270 мкм и больше. Для реализации метода РТБ была использована схема с предварительной монохроматизацией излучения [9], позволяющая уменьшить интенсивность излучения, прошедшего через кристалл без дифракции, исключить многоволновое рассеяние и увеличить разрешение. Применение монохроматизации первого пучка позволяет фиксировать топограммы в обоих дифрагированных пучках (в отраженном и в прошедшем по Борману), что значительно увеличивает возможности интерпретации экспериментального контраста.

Анализ образцов, вырезанных вдоль и перпендикулярно оси слитка, позволил проследить изменение плотности дефектов и вида дислокационной структуры по длине слитка (рис. 1, а, б). Для идентификации дефектов использовались особенности их изображений на различных отражениях и анализ изображений в виде розеток интенсивности в совокупности с теоретическим расчётом контраста от дефектов по методике, развитой в [9]. Характерными чертами слитков, выращенных как в ИМКЭС, так и в НИТ, является преобладание краевых и смешанных дислокаций системы скольжения  $\{1\bar{1}0\}/\{110\}$  с осями, параллельными и наклонными к оси [001] роста кристаллов. Ряды таких дислокаций в проекции на фронт роста образуют характерный крест (рис. 1, а). Кристаллы из НИТ содержали двойники и дефекты упаковки (рис. 2).

Микродефекты в  $ZnGeP_2$  представлены малыми дислокационными петлями и микровыделениями второй фазы. Подавляющее число микродефектов в кристаллах, выращенных в НИТ формируют характерные розетки контраста, аналогичные выявляемым в SiC, GaAs и Si [9], что позволяет интерпретировать эти микродефекты как когерентные микровключения второй фазы, подчиняющиеся модели Мотта и Набарро (модели сферического когерентного включения в упругой изотропной матрице).

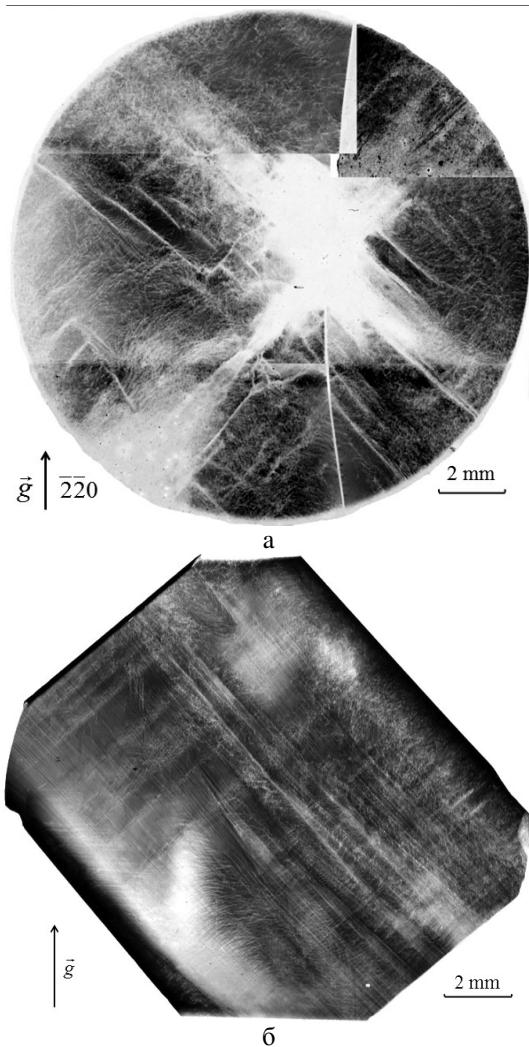


Рис. 1. Обзорные топограммы образцов, вырезанных перпендикулярно (а) и параллельно (б) оси роста [001] слитков ZnGeP<sub>2</sub> (HIT).

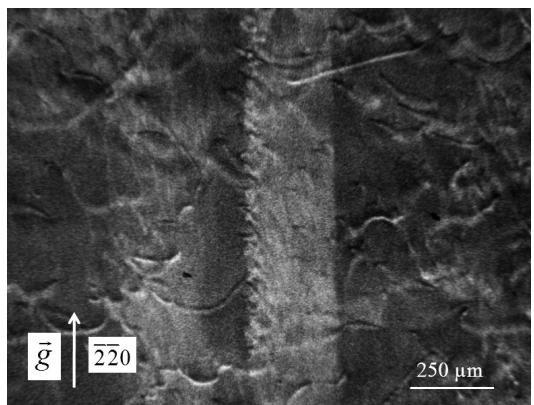


Рис. 2. Фрагмент топограммы с изображением гигантского ростового дефекта упаковки в образце, вырезанном перпендикулярно оси роста слитка ZnGeP<sub>2</sub> (HIT).

Несмотря на простоту применяемой для расчёта теоретических топограмм модели, она хорошо описывает контраст от дефектов в обоих дифрагированных пучках (отражённом и прямом), экспериментальные изображения не содержат других особенностей контраста, кроме предсказанных теоретически. Для крупных

включений наблюдались срыв когерентности и следы пластической деформации [3].

В целом, для кристаллов было справедливо представление о W-образном распределении дефектов в объеме слитка: повышена плотность дислокаций в центре слитка и плотность дефектов (дислокаций в виде отдельных скоплений и относительно равномерно распределенных микродефектов) вблизи боковой поверхности слитка. Промежуточная между ними область наиболее совершенна.

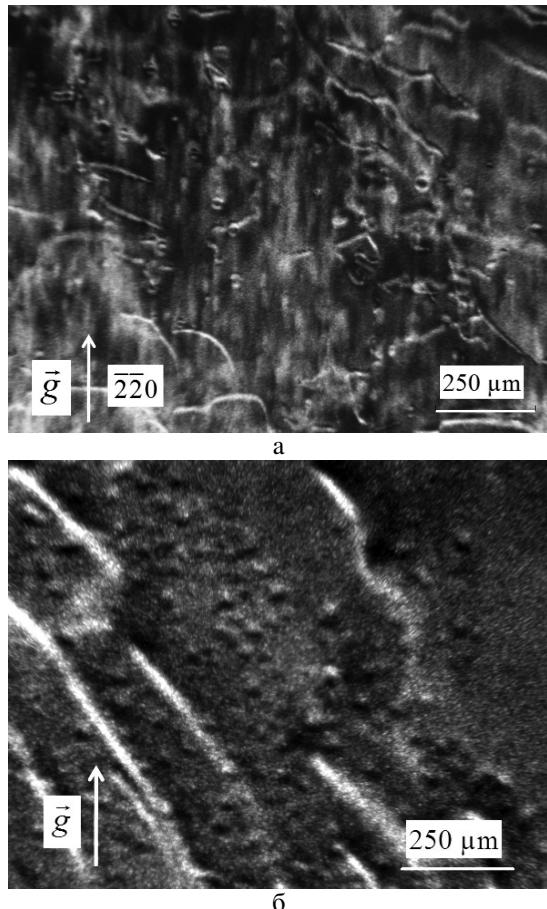


Рис. 3. Изображения малых дислокационных петель (а) и сферических когерентных микроКлючений второй фазы (б) в кристаллах ZnGeP<sub>2</sub> (HIT).

Поляризационно-оптический метод, впервые примененный для исследования кристаллов ZnGeP<sub>2</sub> в [6], является простым и экспрессным методом анализа пластин, вырезанных вдоль плоскости оптической изотропии (001). Сопоставление топограмм и поляризационно-оптических снимков (рис. 4, а, б) показывает их полную корреляцию. Поляризационно-оптические изображения соответствуют преимущественно рядам дислокаций, наиболее сильный контраст наблюдается на границах дислокационных рядов и областей относительно совершенного кристалла. Мощные розетки фотупругости формируются вокруг крупных включений в объеме кристалла (рис. 4, б). Фиксировались также розетки контраста от отдельных дислокаций.

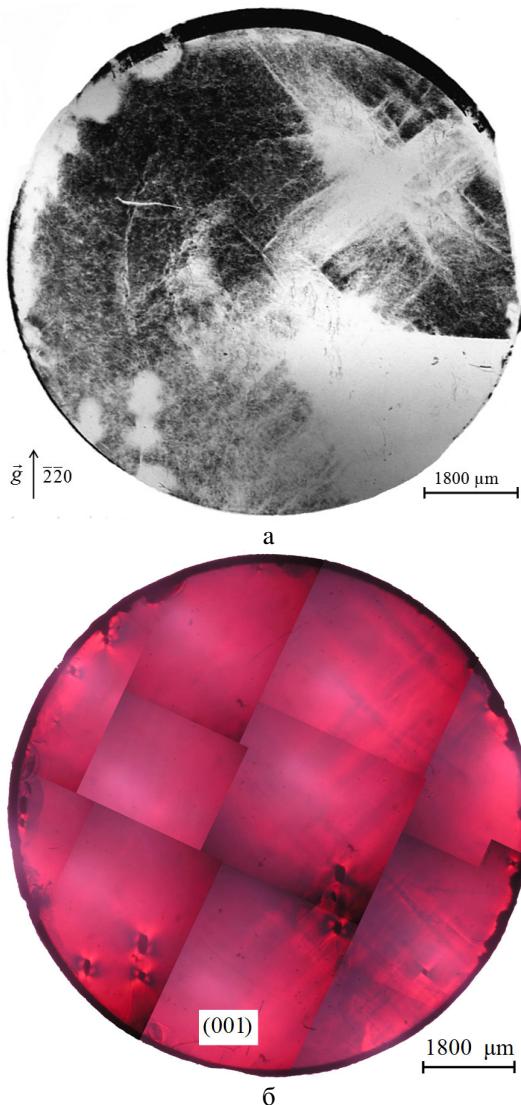


Рис. 4. Рентгеновская топограмма (а) и поляризационно-оптический снимок (б) пластины, вырезанной перпендикулярно оси роста [001] слитка  $ZnGeP_2$  (HIT).

Сравнивая результаты исследования кристаллов, выращенных в ИМКЭС и НИТ, можно сделать следующие выводы.

1. Никогосян Д.Н. // Квантовая электроника. 1971. Т. 4. №1. С. 5.
2. Справочник по лазерам / Под ред. А.М. Прохорова. Т.2. М.: Сов. Радио, 1978. 400 с.
3. Окунев А.О., Верозубова Г.А., Труханов Е.М., Дзюба И.В. // Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия): Сб. материалов и программа Четвертого междунар. науч. семинара. Великий Новгород, 2008. С. 153–156.
4. Okunev A.O., Verozubova G.A., Trukhanov E.M., Dzjuba I.V., Galtier P.R.J. and Said Hassani S.A. // J. Appl. Cryst. 2009. Vol. 42, N. 6. P. 994–998.
5. Окунев А.О., Верозубова Г.А., Данильчук Л.Н., Стащенко В.А., Трофимов А.Ю. // Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия): сборник материалов и программа Пятого международного научного семинара. Великий Новгород, 2011. С. 121–123.
6. Окунев А.О., Верозубова Г.А., Стащенко В.А., Chun-Hui Yang, Трофимов А.Ю. // Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия): сборник материалов и программа Пятого международного научного семинара. Великий Новгород, 2011. С. 124–126.
7. Verozubova G.A., Okunev A.O. // Advanced Science Letters, 2013, Vol.19, N. 3, pp. 967-971(5).
8. Верозубова Г.А., Грибенюков А.И. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 1. С. 175–180.
9. Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Ткаль В.А. Рентгеновская топография на основе эффекта Бормана. LAP LAMBERT Academic Publishing, Saarbrücken, 2012, p. 348.

1. Дислокационная структура кристаллов ИМКЭС и НИТ сходна. Аналогичен характер распределения дислокаций по объему кристалла, наблюдаются те же дислокационные конфигурации, системы скольжения и типы дислокаций. Идентификация дислокаций возможна по розеточной методике.

2. Дефектная структура слитков при этом разная. В кристаллах НИТ присутствуют макро-дефекты (большие включения), объемные области высокой плотности дислокаций, двойники и дефекты упаковки. Существуют большие области напряжений и деформаций кристаллической решетки. Среди микродефектов преобладают микровключения типа вакансии и малые дислокационные петли.

Плотность дислокаций в кристаллах ИМКЭС на 2–3 порядка меньше, поэтому на первый план выходят другие типы дефектов. Это слоистая неоднородность с малым периодом повторяемости, микродефекты (преимущественно типа внедрения и «solute trails») и дислокации с примесными атмосферами. В отсутствие дислокаций, которые являются стоками для точечных дефектов, увеличивается плотность точечных дефектов, их сегрегаций и выделений.

3. Более высокая плотность дислокаций может быть преимуществом кристаллов НИТ, потому что приводит к более равномерному распределению точечных дефектов и микродефектов, и, соответственно, к оптической однородности материала.

Работа выполнена в Совместных с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лабораториях «Рентгенотопографических методов исследования материалов электронной техники» НовГУ им. Ярослава Мудрого и «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» Новгородского филиала СПбГЭУ при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

# О ПРИМЕНИМОСТИ КИНЕМАТИЧЕСКОГО ПРИБЛИЖЕНИЯ В РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

А.П.Орешко

МГУ имени М.В.Ломоносова, физический факультет, 119991, г.Москва, Ленинские горы, 1  
oreshko@mail.ru

## Введение

Резонансная дифракция (РД) рентгеновского излучения (РИ) наблюдается при энергии падающего излучения, близкой к краю поглощения какого-либо элемента, входящего в состав кристалла, и является развивающимся методом изучения свойств кристаллов [1].

Так как вблизи краев поглощения величина коэффициента поглощения резко увеличивается и, тем самым, уменьшается глубина проникновения излучения в вещество, для интерпретации полученных экспериментальных данных по РД используется кинематическое приближение теории дифракции. Однако ряд наблюдаемых явлений ([2]) не может быть удовлетворительно описан в рамках кинематической теории дифракции, что вызвало необходимость развития динамической теории РД. В то же самое время и сам вопрос применимости кинематической теории для описания РД до сих пор остается без внимания.

В [3] впервые была предпринята попытка построения динамической теории рассеяния РИ в условиях РД.

В настоящей работе теория динамического рассеяния РИ в условиях РД получила дальнейшее развитие.

## Динамическая теория РД

Основой построения динамической теории дифракции в стационарных кристаллических средах является предположение о том, что материальные константы среды (тензоры диэлектрической  $\hat{\epsilon}$  и магнитной  $\hat{\mu}$  проницаемости) в приближении линейной связи  $\mathbf{D} = \hat{\epsilon} \mathbf{E}$  и  $\mathbf{B} = \hat{\mu} \mathbf{H}$  являются трехмерно-периодическими функциями координат. Вместо тензора диэлектрической проницаемости оказывается удобно ввести тензор диэлектрической поляризуемости (ДП)  $\hat{\chi}$  ( $\hat{\epsilon} = 1 + \hat{\chi}$ ), а в немагнитных кристаллах можно положить  $\hat{\mu} = 1$ . В этом случае тензор ДП можно представить в виде разложения по векторам обратной решетки кристалла  $\mathbf{h}$ .

В указанном приближении из микроскопических уравнений Максвелла можно получить систему уравнений для фурье-амплитуд поля в совершенном кристалле с учетом анизотропии,

пространственной и временной дисперсии [4]:

$$\left[ 1 - \frac{(\mathbf{k}, \mathbf{k})}{\kappa_0^2} + \hat{\chi}^0(\omega, \mathbf{k}) \right] \mathbf{E}(\omega, \mathbf{k}) + \frac{1}{\kappa_0^2} ((\mathbf{E}(\omega, \mathbf{k}), \mathbf{k}), \mathbf{k}) + \sum_{\mathbf{h} \neq 0} \hat{\chi}^{\mathbf{h}}(\omega, \mathbf{k}) \mathbf{E}(\omega, \mathbf{k} + \mathbf{h}) = 0, \quad (1)$$

где  $\mathbf{E}(\omega, \mathbf{k})$  – фурье-компоненты напряженности электрического поля в кристалле,  $\kappa_0$  – величина волнового вектора в вакууме.

Решение уравнений (1) с привлечением граничных условий и является основной задачей динамической теории дифракции РИ.

В наиболее общем виде с учетом всех вкладов, возникающих как вблизи, так и вдали от краев поглощения, тензор ДП можно представить в виде

$$\chi_{ij} = (\chi_p + \chi_p' + i\chi_p'')\delta_{ij} + \chi_{ij}^{an} + \chi_{ij}^{mag}, \quad (2)$$

где  $\chi_p$  вызван потенциальным вкладом в диэлектрические свойства кристалла;  $\chi_p'$ ,  $\chi_p''$  - добавки, включающие в себя изотропную часть эффектов дисперсии и поглощения;  $\chi_{ij}^{mag}$  вызван нерезонансным магнитным рассеянием; а  $\chi_{ij}^{an}$  вызван анизотропным резонансным вкладом. Для рентгеновских длин волн можно считать пространственную дисперсию кристалла слабой и воспользоваться разложением тензора ДП по волновым векторам падающей ( $\mathbf{k}$ ) и рассеянной ( $\mathbf{k}'$ ) (дифрагированной) волн [1]:

$$\chi_{ij}^{an}(\omega, \mathbf{k}) = \chi_{ij}^{an}(\omega) + (\chi_{ijl}(\omega)k_l + \chi_{ijl}(\omega)k'_l) + \chi_{injl}(\omega)k'_n k_l + \dots \quad (3)$$

Как показано в [5], в силу малости анизотропного вклада в тензор ДП, волновые векторы в разложении (3) можно считать волновыми векторами в вакууме.

Для нахождения амплитуд электрического и магнитного полей в среде уравнение (1) необходимо дополнить граничными условиями, состоящими в одновременном удовлетворении условий непрерывности тангенциальных (нормальных) составляющих электрического и магнитного полей  $\mathbf{E}$  и  $\mathbf{H}$  ( $\mathbf{D}$  и  $\mathbf{B}$ ) соответственно.

Решение задачи динамической теории в общем случае скользящей некомпланарной геометрии является громоздкой задачей, упрощающейся в компланарной геометрии – в этом случае собственные поляризации дифракционной и граничной задачи совпадают [6], и граничная задача может решаться в скалярном виде

отдельно для  $\sigma$ - и  $\pi$ -поляризаций излучения.

Эксперименты по РД РИ проводятся в двухволновом приближении в компланарной геометрии при больших углах скольжения, что позволяет пренебречь непопаречностью электрического поля в кристалле [7]:

$$(\delta_0 - \chi_{11}^0)E_0^{(1)} - C^{(1)}\chi_{11}^{-h}E_h^{(1)} - \chi_{12}^0E_0^{(2)} - (C^{(2)}\chi_{12}^{-h} - C^{(3)}\chi_{13}^{-h})E_h^{(2)} = 0, \quad (4a)$$

$$- C^{(1)}\chi_{11}^{-h}E_0^{(1)} + (\delta_h - \chi_{11}^0)E_h^{(1)} - \chi_{12}^hE_0^{(2)} - (C^{(2)}\chi_{12}^0 - C^{(3)}\chi_{13}^0)E_h^{(2)} = 0, \quad (4b)$$

$$- \chi_{21}^0E_0^{(1)} - \chi_{21}^{-h}E_h^{(1)} + (\delta_0 - \chi_{22}^0)E_0^{(2)} - (C^{(2)}\chi_{22}^{-h} - C^{(3)}\chi_{23}^{-h})E_h^{(2)} = 0, \quad (4c)$$

$$- (C^{(2)}\chi_{21}^h - C^{(3)}\chi_{31}^h)E_0^{(1)} - (C^{(2)}\chi_{22}^h - C^{(3)}\chi_{32}^h)E_0^{(2)} + \{(\delta_h - [\chi_{22}^0C^{(2)}^2 + \chi_{33}^0C^{(3)}^2]) + C^{(2)}C^{(3)}(\chi_{23}^0 + \chi_{32}^0)\}E_h^{(2)} = 0. \quad (4d)$$

где  $E_{0, h}^{(j)}$  скалярные амплитуды, а  $\mathbf{q}_0$  и  $\mathbf{q}_h = \mathbf{q}_0 + \mathbf{h}$  волновые векторы проходящей  $\mathbf{E}_0 = \mathbf{e}_0^{(j)}E_0^{(j)}$  и дифрагированной  $\mathbf{E}_h = \mathbf{e}_h^{(j)}E_h^{(j)}$  волн в кристалле соответственно,  $\mathbf{e}_0, \mathbf{e}_h^j$  ( $j = 1, 2$ ) – единичные вектора  $\sigma$ - и  $\pi$ -поляризации проходящего и дифрагированного излучения ( $\mathbf{e}_0^1 = \mathbf{e}_h^1$ ), а  $\delta_{0, h} = [(\mathbf{q}_{0, h}, \mathbf{q}_{0, h})/k_0^2] - 1$  и введены обозначения  $C^{(i)} = (\mathbf{e}_0^i, \mathbf{e}_h^i) = \{1 (i = 1); \cos 2\theta (i = 2)\}$ ,  $C^{(3)} = \sin 2\theta$ , где  $\theta$  – угол между падающим излучением и отражающими плоскостями ( $hk\bar{l}$ ).

Отличие системы уравнений (4) от основной системы динамической теории в случае скалярной восприимчивости среды состоит в наличии недиагональных элементов тензора ДП  $\chi_{ij}$ , что приводит к взаимосвязи  $\sigma$ - и  $\pi$ -компонент электрического поля, отсутствующей в случае скалярной ДП.

Система основных уравнений имеет нетривиальное решение только в случае равенства нулю детерминанта этой системы

$$\det A = 0, \quad (5)$$

где  $A$  – матрица коэффициентов  $a_{ij}$  (4). Дисперсионное уравнение (5) позволяет с привлечением граничных условий для волновых векторов на границе раздела сред найти комплексные величины волновых векторов  $\mathbf{q}_{0, h}$  в кристалле.

Как следует из (5), амплитуды проходящих и дифрагированных волн в кристалле связаны соотношениями:

$$E_{hj}^\sigma = R_{hj}^\sigma E_{0j}^\sigma, \quad E_{hj}^\pi = R_{hj}^\pi E_{0j}^\pi, \quad E_{0j}^\pi = R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^\sigma, \quad (6)$$

где

$$R_{hj}^\sigma = [-c_{1j} + (c_{1j}^2 - 4c_{2j}c_{0j})^{1/2}]/[2c_{2j}],$$

$$R_{hj}^\pi = -[b_{21j} + b_{22j}R_{hj}^\sigma]/[b_{23} + b_{24j}R_{hj}^\sigma],$$

$$R_{0j}^{\sigma\pi} = -[a_{21} + a_{22j}R_{hj}^\sigma]/[a_{23} + a_{24j}R_{hj}^\pi],$$

и введены обозначения

$$\begin{aligned} b_{11j} &= a_{11}a_{23} - a_{21}a_{13}, \quad b_{12j} = a_{23}a_{12} - a_{22}a_{13}, \\ b_{13j} &= a_{11}a_{24} - a_{21}a_{14}, \quad b_{14j} = a_{12}a_{24} - a_{22}a_{14}, \\ b_{21j} &= a_{31}a_{23} - a_{21}a_{33}, \quad b_{22j} = a_{32}a_{23} - a_{22}a_{33}, \\ b_{23} &= a_{31}a_{24} - a_{21}a_{34}, \quad b_{24j} = a_{32}a_{24} - a_{22}a_{34}, \\ c_{0j} &= b_{11j}b_{23} - b_{13j}b_{21j}, \quad c_{2j} = b_{12j}b_{24j} - b_{14j}b_{22j}, \\ c_{1j} &= b_{11j}b_{24j} + b_{12j}b_{23} - b_{13j}b_{22j} - b_{21j}b_{14j}. \end{aligned}$$

Из граничных условий следует, что волн-

вой вектор проходящей в среде волны  $\mathbf{q}_0$  получает приращение только вдоль нормали к поверхности (направленной в глубь среды)  $\mathbf{n}$ , т.е.

$$\mathbf{q}_0 = \mathbf{k}_0 + k_0\varepsilon\mathbf{n}, \quad (7)$$

где  $\varepsilon$  – так называемая аккомодация, подлежащая дальнейшему определению, а  $\mathbf{k}_0$  – волновой вектор падающей на кристалл волны.

Дисперсионное уравнение (5) является уравнением четвертой степени относительно величины аккомодации  $\varepsilon$ . При этом в случае толстого кристалла физический смысл имеют только решения, обладающие положительной мнимой частью  $\text{Im } \varepsilon_j > 0$ .

С учетом (7) выражения для  $\delta_0$ ,  $\delta_h$  примут вид (при больших углах падения членами более высокого порядка малости  $\varepsilon^2$  пренебрегаем):

$$\delta_0 = 2\gamma_0\varepsilon, \quad \delta_h = 2\gamma_{h0}\varepsilon - \alpha,$$

где  $\gamma_0 = \cos(\mathbf{k}_0, \mathbf{n})$ ,  $\gamma_{h0} = \cos(\mathbf{k}_0 + \mathbf{h}, \mathbf{n})$  – направляющие косинусы для падающей и дифрагированной волн соответственно. Если  $\varphi_0$  – скользящий угол падения, то  $\gamma_0 = \sin \varphi_0$ , а  $\gamma_{h0} = \gamma_0 - \psi_B$ , где  $\psi_B = 2\sin \psi \sin \theta_B$  – эффективный параметр наклона отражающих плоскостей, характеризующий угол наклона отражающих плоскостей по отношению к нормали  $\mathbf{n}$  ( $z$ -проекция вектора обратной решетки  $h_z = -hsin\psi$ ).

Таким образом, для решения уравнений (4, 5) нам необходимо предварительно вычислить тензор ДП [8] и далее считать его постоянным.

### Применимость кинематической теории при резонансной дифракции

В настоящее время для описания резонансной дифракции РИ широко применяется кинематическая теория дифракции, в которой кристалл предполагается настолько тонким, что можно учитывать только однократное дифракционное рассеяние. Однако никакого количественного обоснования возможности использования кинематической теории не проводилось. Рассмотрим этот вопрос на примере “запрещенных” отражений в РД.

Характерным параметром, разделяющим совершенные кристаллы на толстые и тонкие, является длина первичной экстинкции  $L_{ext} = \lambda(\gamma_0|\gamma_{h0}|)^{1/2}/(\pi|\chi_h|)$ . Кинематическая теория применима, если расстояния, проходимые в кристалле и падающей, и дифрагированной волнами, много меньше  $L_{ext}$  (для  $\lambda \sim 1 \text{ \AA}$ ,  $L_{ext} \geq 10 \text{ мкм}$ ). В случае “запрещенных” отражений  $|\chi_h| \rightarrow 0$ , длина первичной экстинкции возрастает, и этот факт позволяет исследовать кристаллы значительных (1–10 мм) размеров. Однако количественного сравнения результатов, получаемых в рамках кинематической и динамической теорий не проводилось.

Рассмотрим дифракционное отражение от кристаллической плоскостной параллельной пластинки конечной толщины  $d$  при больших углах скольжения. Поле в вакууме над поверхностью

кристалла ( $z \leq 0$ ) определяется выражением

$$\mathbf{E}_{vac}(\mathbf{r}) = \mathbf{A}_0 \exp(i\mathbf{k}_0 \mathbf{r}) + \mathbf{A}_h \exp(i\mathbf{k}_h \mathbf{r}),$$

где  $A_0$  и  $A_h$  – амплитуды падающей и дифрагированной волн, соответственно. При рассмотрении поля в кристаллической пластинке нужно учитывать все корни уравнения (5):

$$\mathbf{E}_{cr}(\mathbf{r}) = \sum_{j=1}^4 [\mathbf{E}_{0j} \exp(i\mathbf{q}_{0j} \mathbf{r}) + \mathbf{E}_{hj} \exp(i\mathbf{q}_{hj} \mathbf{r})],$$

где  $E_{0,h}$  – амплитуды,  $\mathbf{q}_{0,h}$  – волновые векторы проходящей и дифрагированной волн в кристалле. Поле в вакууме “под кристаллом” состоит только из проходящей волны с амплитудой  $\mathbf{B}_0$  и волновым вектором  $\mathbf{b}_0$  ( $\mathbf{b}_0 = \mathbf{k}_0$ ):

$$\mathbf{E}_{vac}^{(2)}(\mathbf{r}) = \mathbf{B}_0 \exp(i\mathbf{b}_0 \mathbf{r}).$$

Решение системы граничных условий для амплитуд дифрагированных и прошедших волн примет вид

$$A_h^\sigma = \sum_{j=1}^4 R_{hj}^\sigma (T_j^\sigma A_0^\sigma + T_j^\pi A_0^\pi),$$

$$A_h^\pi = \sum_{j=1}^4 R_{hj}^\pi R_{0j}^{\sigma\pi} (T_j^\sigma A_0^\sigma + T_j^\pi A_0^\pi),$$

$$B_0^\sigma = \sum_{j=1}^4 (T_j^\sigma A_0^\sigma + T_j^\pi A_0^\pi) \frac{g_{oj}}{f_0},$$

$$B_0^\pi = \sum_{j=1}^4 R_{0j}^{\sigma\pi} (T_j^\sigma A_0^\sigma + T_j^\pi A_0^\pi) \frac{g_{oj}}{f_0},$$

где введены обозначения:

$$g_{0(hj)} = \exp\{iq_{0(hj)z}d\}, f_0 = \exp\{ib_0z\}.$$

$$T_1 = R_{11}R_{22} - R_{12}R_{21}, T_1^\sigma = R_{22}/T_1,$$

$$T_1^\pi = -R_{12}/T_1, T_2^\sigma = -R_{21}/T_1, T_2^\pi = R_{11}/T_1,$$

$$T_3^{\sigma(\pi)} = G_{31}(g_{h1}/g_{h3})T_1^{\sigma(\pi)} + G_{32}(g_{h2}/g_{h3})T_2^{\sigma(\pi)},$$

$$T_4^{\sigma(\pi)} = G_{41}(g_{h1}/g_{h4})T_1^{\sigma(\pi)} + G_{42}(g_{h2}/g_{h4})T_2^{\sigma(\pi)},$$

$$R_{1j} = 1 + G_{3j}(g_{h1}/g_{h3}) + G_{4j}(g_{h2}/g_{h4}),$$

$$R_{2j} = R_{0j}^\sigma + R_{03}^{\sigma\pi} G_{3j}(g_{h1}/g_{h3}) + R_{04}^{\sigma\pi} G_{4j}(g_{h2}/g_{h4}),$$

$$G_{3j} = -R_{3j}/R_{33}, G_{4j} = R_{43}G_{3j} + R_{4j},$$

$$R_{3j} = R_{hj}^\pi R_{0j}^{\sigma\pi} + R_{4j}R_{04}^{\sigma\pi} R_{h4}^\pi, R_{4j} = -R_{hj}^\sigma/R_{h4}^\sigma.$$

На рис. 1 приведены зависимости интегральной интенсивности “запрещенного” отражения (600) в германии (толщина образца 1 мм), а на рис. 2 – зависимости интегральной интенсивности отражения (222) в германии в симметричной геометрии Брэгга от энергии падающего излучения.

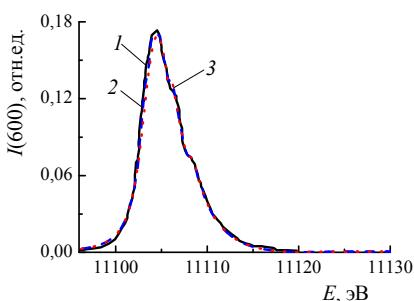


Рис. 1. Экспериментальная [9] (1) и расчетные

(2 – динамическое, 3 – кинематическое [10] приближение) зависимости интенсивности термоиндукционного “запрещенного” отражения Ge(600) от энергии падающего излучения.

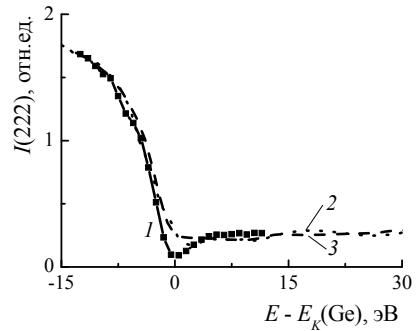


Рис. 2. Экспериментальная [11] (1) и расчетные (2 – динамическое, 3 – кинематическое [11] приближение) зависимости интегральной интенсивности отражения Ge(222) от энергии падающего излучения.

Как видно из рис. 1 и 2, экспериментальные результаты (кривая 1) находятся в полном соответствии с расчетными результатами, выполненными в рамках динамической (кривая 2) и кинематической (кривая 3) теории.

Таким образом, значительно более простое кинематическое приближение теории дифракции с хорошей степенью точности действительно можно использовать в РД РИ.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты 12-02-00924-а и 13-02-00760-а). Вычисления выполнены на суперкомпьютерном комплексе СКИФ МГУ.

[1] Dmitrienko V.E., Ishida K., Kirfel A., Ovchinnikova E.N., Acta Cryst. A, **61**, 481 (2005).

[2] Pettifer R.F., Collins S.P., Laundy D., Nature. **454**, 196 (2008).

[3] Орешко А.П., Вестн. Моск. ун-та. Сер. 3, №3, 49 (2007).

[4] Агранович В.М., Гинзбург В.Л. Кристаллооптика с учетом пространственной дисперсии и теория экситонов. М.: Наука, 1979.

[5] Орешко А.П., Вестн. Моск. ун-та. Сер. 3, (2013). (в печати).

[6] Беляков В.А., Дмитриенко В.Е., УФН, **158**, 679 (1989).

[7] Андреева М.А., Борисова С.Ф.. Кузьмин Р.Н., Оптика и спектроскопия, **48**, 367 (1980).

[8] [http://www-cristallo.polycnrs-gre.fr/Themes\\_de\\_recherche/Simul/](http://www-cristallo.polycnrs-gre.fr/Themes_de_recherche/Simul/)

[9] Kokubun J., Kanazawa M., Ishida K., Dmitrienko V.E., Phys. Rev. B, **64**, 073203 (2001)..

[10] Орешко А.П., Овчинникова Е.Н., Дмитриенко В.Е., Поверхность. № 12, 1 (2011).

[11] Мухамеджанов Э.Х., Борисов М.М., Морковин А.Н. и др., Письма в ЖЭТФ. **86**, 897 (2007).

## Выявление неоднородностей в структуре нефти из нетрадиционных источников методом рентгеновской микротомографии

**А.С. Осадчая<sup>1</sup>, Д.А. Золотов<sup>1</sup>, А.В. Бузмаков<sup>1</sup>, В.Е. Асадчиков<sup>1</sup>,**  
**М.К. Рафаилов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский просп. 59

<sup>2</sup>University of Alberta, ECERF E1-026, Edmonton T6G V24, Canada

e-mail: fyz-z@yandex.ru

До последнего времени наибольшую часть в нефтедобыче составляли ресурсы традиционных месторождений со значительным содержанием легких углеводородов. При использовании в нефтетехнологических процессах легких неструктурированных нефей не возникало особой необходимости анализа внутреннего строения. На современном этапе развития нефтяной индустрии происходит переориентация на использование тяжелых структурированных нефей и чрезвычайно актуальной является проблема эффективной разработки месторождений с трудно извлекаемыми запасами. В связи с этим в последние годы активно проводятся исследования по разработке технологии выделения нефти из битуминозных песков применением процессов термической переработки, экстракции и гидропереработки с целью получения ценных нефтепродуктов.

Нефтяная система - коллоидная смесь сложных углеводородов, которые могут быть классифицированы как насыщенные углеводороды, ароматические углеводороды, смолы и асфальтены. Нефти разных месторождений неодинаковы по составу. Тяжелые нефти в среднем являются сернистыми, высоковязкими, высокоисомолистыми, со средним содержанием асфальтенов и фракций н.к. 300°C (>25%), но с низким содержанием фракций н.к. 200°C (<20%) и парафинов (<5%) [1]. Поэтому, важно не только контролировать процесс агрегации, но в полной мере охарактеризовать агрегаты, их размер и массовую плотность. И

главная проблема заключается в проведении таких измерений на месте и в объеме битума. В данной работе описано применение рентгеновской монохроматической микротомографии для характеристики структуры нефтяных песков.

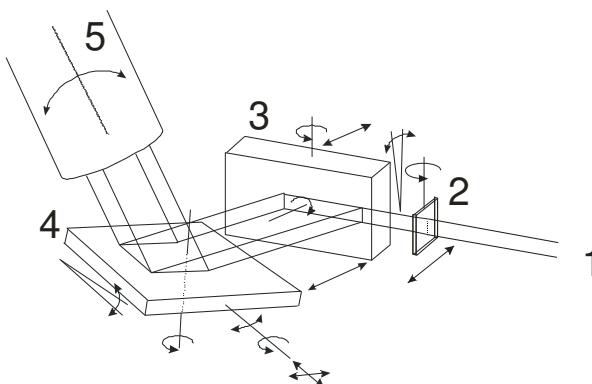
Среди ограниченного числа физико-химических методов исследования сложных конденсированных систем рентгеновские методы являются информативными и чувствительными, позволяющими изучать частицы системы, не разрушая целостности ее структуры.

Метод рентгеновской компьютерной томографии основан на явлении поглощения рентгеновского излучения. Он заключается в регистрации большого количества рентгенограмм, полученных при вращении образца в диапазоне углов от 0 - 180°. По этим рентгенограммам можно определить двумерные проекции линейного коэффициента поглощения в объекте. Трехмерное распределение линейного коэффициента поглощения может быть восстановлено по набору таких проекций с использованием известных алгоритмов обработки данных, например, метода свертки и обратных проекций.

Для повышения пространственного разрешения метода в настоящее время применяют различные рентгенооптические элементы. Одним из таких элементов является асимметричный кристалл-монохроматор, поверхность которого срезана под некоторым углом к отражающим плоскостям, широко

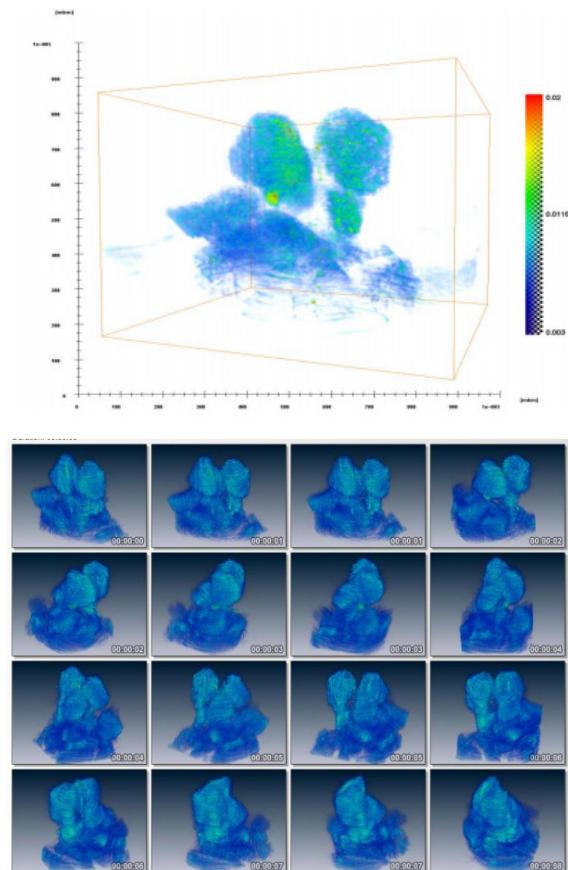
используется в оптике рентгеновских лучей для формирования пучка [2]. С его помощью можно либо уменьшить (в одном направлении) размер падающего на него пучка в несколько раз, либо расширить пучок (при выполнении для падающего пучка условия Брэгга), существенно уменьшив при этом его угловую расходимость. В работах [3] и [4] было показано, что применение асимметрично срезанного кристалла монохроматора (Bragg magnifier) может обеспечить увеличение в 50 и более крат. Такое увеличение в сочетании с реальным размером чувствительного элемента детектора – пикселя - (6-13 мкм) позволяет добиться разрешения на уровне десятых долей микрометра.

Наши исследования проводились на лабораторном микротомографе [5]. В качестве источника использовалась рентгеновская трубка CuK $\alpha$  (размер фокуса 1×1 мм). Увеличение достигалось применением двух асимметрично срезанных кристаллов (Si). Схема экспериментальной установки представлена на рис 1.



**Рис. 1.** Схема лабораторного увеличивающего микротомографа. 1 - источник, 2 - исследуемый объект на гониометрическом столике, 3, 4 - асимметрично срезанные кристаллы монохроматоры, 5 - двумерный детектор (ПЗС-матрица).

Этот лабораторный прибор позволяет более детально выявить особенности битуминозных песков с высоким пространственным разрешением ~1 мкм. На рис.2 представлена трехмерная реконструкция исследованного образца битумосодержащей породы.



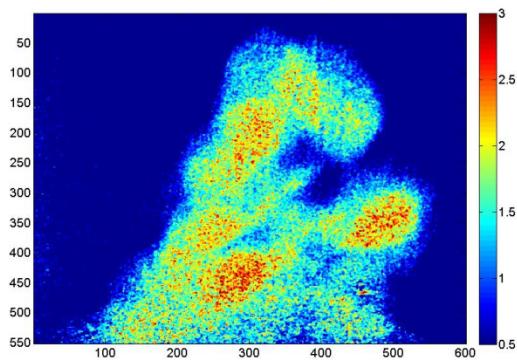
**Рис.2.** Восстановленная трехмерная структура исследованного образца.

Результаты реконструкции позволяют выявить слабо и сильно поглощающие области исследуемого объекта. Объемное изображение, полученное методом рентгеновской томографии, иллюстрирует структуру нефтяного песка. Видно, что внутри образца присутствуют более плотные включения размером >50 мкм.

В составе нефтяного песка выделяются плотные частицы с линейным коэффициентом поглощения 6,2 – 8,4  $\text{мм}^{-1}$ , совпадающим с теоретическим значением 7,6  $\text{мм}^{-1}$  для SiO<sub>2</sub>.

Интерпретация экспериментальных данных менее плотной среды требует дальнейших исследований в связи со сложным составом смесей органических соединений, представляющих собой нефтяные системы.

На рис. 3. представлено сечение образца. Шкала по осям X и Y в микронах. Цветовая шкала - логарифм ослабления рентгеновского излучения.



**Рис.3.** Результаты реконструкции по томографическим данным: сечение с содержащимися внутри включениями.

Из литературы известно, что битум из канадских нефтяных песков содержит следующие элементы: S-3,80%, N-0,6%, Fe - 0,044%, V - 0,02%, Ni - 0,006%. Металлы, содержащиеся в естественной нефти и битуме, могут образовывать металлорганические соединения, так называемые порфирины: с ванадием (V) - порфирины ванадия, так же как с кобальтом (Ко), никелем (Ni) и некоторыми другими металлами. Обнаружение таких металлоорганических комплексов может стать дальнейшей задачей наших экспериментов.

Однако уже полученные нами результаты [6] однозначно демонстрируют возможность проведения микротомографических исследований нефтяных песков с целью выявления в них структурных неоднородностей.

- [1]. Betancourt, S., Davies, T., Dong Ch., "Advancing Fluid-Properties Measurements", Oilfield Review, 19, 56 (2007).
- [2]. А.М. Афанасьев, П.А. Александров, Р.М. Имамов. Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев. М. Наука, 1989, 152 с.
- [3]. Сенин Р. А. "Микротомография биологических объектов с использованием лабораторных рентгеновских источников" Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва 2005
- [4]. С.Е. Васильев, Д.Е. Донец, Ю.В. Заневский и др. ПТЭ. 1995. № 2. С.172.
- [5]. А.В. Андреев, В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков и др. Двумерное увеличение изображения в рентгеновском микроскопе асимметричного отражения. Письма в ЖЭТФ, том 85, вып. 1, 2007 г., с. 106-10
- [6]. Victor E. Asadchikov ; Alexey V. Buzmakov ; Anna S. Osadchaya ; Denis A. Zolotov and Michael K. Rafailov "Characterization of oil nano-structures with monochromatic x-ray micro-tomography", Proc. SPIE 8460, Biosensing and Nanomedicine V, 84600V (October 10, 2012); doi:10.1117/12.2000153

## Исследование перехода от 2D к 3D росту при низкотемпературной гетероэпитаксии Si/Ge структур

Павленко Е.С.<sup>1),2)</sup>, Якунин С.Н.<sup>2)</sup>, Роддатис В.В.<sup>3)</sup>, Васильев А.Л.<sup>2)</sup>.

<sup>1)</sup>Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова. Ленинские горы 1, 119991 Москва.

<sup>2)</sup>НИЦ «Курчатовский Институт», Пл. Академика Курчатова 1, 123182, Москва.

<sup>3)</sup>CIC Energigune, Álava, Spain  
[pavlenko@physics.msu.ru](mailto:pavlenko@physics.msu.ru)

В настоящее время актуальной является проблема управления размерами полупроводниковых квантовых точек (КТ), их дисперсией и пространственным упорядочением непосредственно в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии [1]. Известно, что спонтанное зарождение когерентных трехмерных островков после формирования однородного смачивающего слоя сопровождается хаотичным взаимным расположением квантовых точек. Для повышения пространственного упорядочения массивов КТ и уменьшения их разброса по размерам применялось варьирование температуры и скорости роста [2], использовались примеси и стрессоры для введения центров зарождения островков Ge на подложке Si [3], применялся рост на отклоненных подложках [4]. Однако на сегодня проблема получения пространственно упорядоченных массивов однородных КТ Ge остается по-прежнему актуальной.

Механизм начальной стадии самоформирования и упорядочения ансамблей нанокластеров при высокотемпературной (500–700°C) гетероэпитаксии германия на кремнии достаточно хорошо изучен и представлен в работах, таких как [5]. За счет достаточно большого размера островков и высокой концентрации дефектов вероятность экспоненциальной рекомбинации в таких структурах невелика, и, следовательно, перспективы их использования в качестве излучателей, не удивительны.

В работах [6,7] отмечено, что снижение температуры роста приводит к уменьшению размеров нанокластеров, росту их плотности и к возрастанию критической толщины  $h_c$ . При низких температурах роста 250–350°C можно ожидать формирование структур с новыми характеристиками из-за низкой подвижности атомов и подавления взаимной диффузии германия и кремния. Ранее на основании экспериментальных исследований с применением методов дифракции быстрых электронов на отражение, фотолюминесценции спектроскопии и атомно-силовой микроскопии было высказано предположение о возможном механизме формированияnanoостровков при низких температурах эпитаксии. Согласно

этому предположению при температурах МЛЭ 250–350°C на начальном этапе роста (2–5 монослоев(МС)) двумерный слой германия не является сплошным, а представляет собой мелкий островковый рельеф. В области толщин порядка 5 монослоев происходит структурная перестройка поверхности, состоящая в том, что мелкий островковый рельеф (50 нм) сменяется гладким волнообразным с последующим сглаживанием поверхности. А при достижении толщины 10–12 МС происходит морфологическая перестройка поверхности и на смачивающем слое начинают появляться квантовые точки по механизму Странского-Крастанова.

Однако, в экспериментальных результатах упомянутых работ присутствуют некоторые разногласия. Так, например, при эпитаксии германия на кремний при температуре 300°C на картинах дифракции быстрых электронов на отражение начальная реконструкция кремниевой поверхности сохранялась на протяжении роста всех структур вплоть до толщины 10 МС. Переход же к трехмерному росту наблюдался только при технологической толщине германия 12 МС. В то же время экспериментальные результаты, полученные методом АСМ, демонстрировали образование островковый структуры уже при 3 МС.

Целью настоящей работы являлось детальное исследование процесса перехода от двумерного роста к трехмерному при низкотемпературной эпитаксии германия на кремнии и уточнение механизмов начальной стадии самоформирования нанометровых островков, имеющих практическое применение в наноэлектронике и нанооптике.

Многослойные Si/Ge nanoструктуры были выращены методом МЛЭ на подложках высокоомного кремния p-типа с удельным сопротивлением  $> 1000 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ , в ориентации (001). После стандартной операции очистки поверхности на подложке при температуре 750 °C выращивался буферный слой кремния толщиной 0.2 мкм, затем, при более низких температурах формировались гетероструктуры, состоящие из 5 слоев Ge, с различной толщиной слоев, равной 2, 3, 5, 7, 10 и 12 МС,

разделенных одинаковыми по толщине (8 нм) слоями Si. Скорость осаждения германия и кремния была равна 0.005 нм/сек и 0.1 нм/сек соответственно. Температура роста Ge составляла  $T_g = 300$  °C. Первые 2 нм разделительного кремниевого слоя выращивались также при 300 °C, последующие  $\approx 7$  нм выращивались при  $T_s = 450$  °C. Верхний слой Ge оставался открытым для исследований методами ACM. Все гетероструктуры были выращены в университете И. Кеплера (г. Линц, Австрия).

Для определения степени кристалличности структуры, стехиометрии, толщин слоев, и периода многослойной структуры, были измерены кривые дифракционного отражения (004). Для характеристики границ между слоями, толщин и периода многослойной структуры были проведены измерения кривых рентгеновской рефлектометрии. На рисунке 1 представлены кривые рентгеновской рефлектометрии (РР) исследуемых образцов с величиной германиевых слоев 5,7,10,12 монослоев.

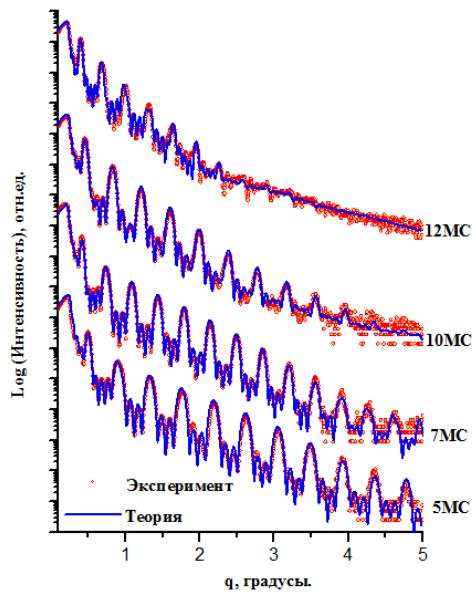


Рис. 1 Кривые рентгеновской рефлектометрии от многослойных сверхрешеток Si-Ge с различными технологическими толщинами толщинами Ge - 5МС (7.0 Å) , 7МС (9.8 Å) , 10МС (14.1 Å) , 12МС (16.8 Å).

В результате анализа экспериментальных данных РР итерационным методом с минимизацией функционала  $\chi^2$ , было получено хорошее согласие теоретической кривой с экспериментальной. Для структур с толщиной германия 5-7 монослоев характерны приблизительно одинаковые значения толщин переходных слоев, как на нижнем, так и на верхнем интерфейсе. Незначительное увеличение толщины переходного слоя до 6 Å начинается с образца с 7 МС (9.8 Å). Для

образца с толщиной германия 10 МС толщина переходного слоя на нижней гетерогранице увеличилась до 12.6 Å, а для образца с 12МС (16.8 Å) до 21.6 Å. Таким образом, в исследуемых структурах слой германия до 7 МС является планарным с достаточно гладкими гетерограницами. При увеличении толщины слоя германия до 10МС и более, происходит формирование выраженного рельефа на нижней гетерогранице германия.

Качественный анализ КДО от исследуемых структур показывает, что интенсивность дифракционных пиков варьируется в зависимости от толщины германиевого слоя, этот параметр так же оказывает влияние на наличие толщинных осцилляций. Данный эффект является следствием формирования и дальнейшего изменения структуры слоев Ge. По мере возрастания толщины германиевых слоев формируется их кристаллическая структура. Для образцов с толщиной германия до 5 монослоев, характерны слабые интенсивности сверхструктурных пиков, что связано как с малой толщиной слоев, так и с их низким структурным совершенством. Дальнейшее увеличение толщины германиевых слоев (7МС) приводит к увеличению интенсивности сверхструктурных пиков и толщинных осцилляций. Последующее увеличение толщины Ge (10-12МС) приводит к уменьшению интенсивности и размытию дифракционных пиков, что связано, по-видимому, с ухудшением кристаллической структуры вследствие релаксации накопленных напряжений за счет образования и развития дефектов. Проведенный качественный анализ позволяет сделать заключение о том, что образец с толщиной германиевого слоя 7 монослоев обладает наиболее совершенной кристаллической структурой, а переход к двумерному росту слоев Ge начинается при достижении им толщины 10 монослоев.

Для получения количественной информации был проведен анализ экспериментальных данных рентгеновской дифрактометрии итерационным методом. Нулевое значение параметра  $da/a$  свидетельствует о том, что вещество на рассматриваемой глубине образца не отличается от подложки по параметру решетки. Соответственно чем больше этот параметр, тем больше различие между параметрами решеток слоя и подложки. При наличии напряжений в слоях, параметр решетки вещества может измениться. Кристаллическая решетка подвергается деформации и «подстраивается» под решетку деформирующего вещества. Параметр решетки германия на 4.2% больше параметра решетки кремния, в ходе деформации решетка германия увеличивается в вертикальном направлении, т.к. происходит сжатие в горизонтальном направлении.

Пластичность деформируемого слоя не безгранична и после преодоления некоторых критических параметров стресс переходит в релаксацию, и параметр решетки слоя возвращается к прежним значениям. В данной задаче, релаксация характеризует переход от двухмерного роста к трехмерному.

По рассчитанным профилям найдены средние параметры  $da/a$  (несоответствие параметра решетки слоя относительно параметра решетки подложки) и построен график описывающий динамику изменения этой средней величины (рисунок 2).

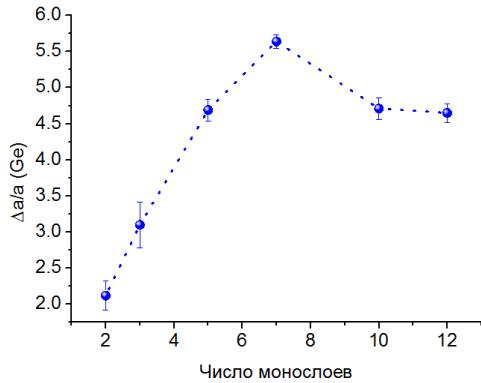


Рис. 2 Зависимость среднего параметра  $da/a$  от числа монослоев Ge

В результате проведенных измерений и их последующего анализа были восстановлены модели исследуемых структур, а так же получены количественные характеристики структурных параметров. На основании полученных результатов сформулировано описание перехода роста гетероэпитаксиальных структур при низкотемпературной эпитаксии: тонкие слои Ge 2-5 МС формируются по механизму Франка-Ван дер Мерве, с образованием сплошных слоев с однородной

толщиной. При достижении слоем Ge толщины в 7 МС напряжение кристаллической решетки становится максимальным, механизм роста меняется на смешанный (Странски-Крастанов). При превышении критической толщины в 7 МС накопленные напряжения релаксируют с образованием дефектов. Релаксированный толстый слой германия (10-12 МС) меняет механизм роста спейсерного слоя кремния на Странски-Крастанов, что сопровождается формированием выраженного рельефа поверхности кремниевых слоев.

Изменение механизма роста слоев кремниевого и германиевого слоя приводит к формированию перевернутых пирамид Ge.

- [1] J. Philips. J. Appl. Phys., 91, 4590 (2002)
- [2] G. Abstreiter, P. Schittenhelm, C. Engel, E. Silveira, A. Zrenner, D. Meertens, W. Jager. Semicond. Sci. Technol., 11, 1521 (1996).
- [3] Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, Л.В. Соколов. ФТП, 37, 513 (2003).
- [4] Z. Zhong, H. Lichtenberger, G. Chen, M. Muhlberger, C. Schelling, J. Myslivecek, A. Halilovic, J. Stangl, G. Bauer, W. Jantsch, F. Schaffler. Microelectron. Engin., 83, 1730 (2006).
- [5] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. УФН, **168**, 1083 (1998).
- [6] А.Б. Талочкин, А. В. Ефанов, В.А. Марков, А. И. Никифоров. Изв. РАН. Сер. Физ., 63, 290 (1999)
- [7] О.П. Пчеляков, Ю.Б. Болховитянов, Л.В. Соколов, А.И. Никифоров, Б. Фойхлендер. Изв. РАН. Сер. Физ., 64, 205 (2000).

## Распределения сил осцилляторов в C1s – спектра нанообразующих материалов

О.В. Петрова<sup>1</sup>, С.В. Некипелов<sup>2</sup>, В.Н. Сивков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Коми научный центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая 84, Россия

<sup>2</sup>Коми педагогический институт, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая, 25

e-mail: [teiou@mail.ru](mailto:teiou@mail.ru)

Методы абсорбционной ультрамягкой рентгеновской (УМР) спектроскопии [1-2], основанные на анализе ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (Near Edge X-ray Absorption Fine Structure, NEXAFS), характеризуются атомной селективностью, дипольными правилами отбора, высокой чувствительностью к атомному составу и параметрам ближайшего окружения атома, поглотившего рентгеновский квант. В настоящее время NEXAFS – спектроскопия широко используется для изучения наноразмерных структур, биологических объектов и неорганических материалов. Предметом настоящего исследования являются спектральные зависимости сечений поглощения и связанных с ними сил осцилляторов в области тонкой структуры и доминирующие в NEXAFS резонансы формы – полосы поглощения с высокой силой осциллятора, которые образуются в результате переходов оставшихся электронов на свободные состояния полиятомной системы, состоящей из поглощающего атома и атомов ближайшего окружения.

Абсолютные интенсивности переходов (сечения поглощения), являются фундаментальными спектроскопическими параметрами и представляют несомненный интерес не только для изучения электронной структуры вещества и тестирования соответствующих теоретических моделей, но и для понимания данных получаемых такими современными методами исследования, как резонансная рентгеновская фотоэмиссия и резонансная рентгеновская флуоресценция. При этом экспериментальные данные по спектральным распределениям дипольных сил осцилляторов в широкой спектральной области для полиятомных систем представляют собой фундаментальную информацию, которая выражается в виде правил сумм, непосредственно связывающих моменты распределений с различными физическими свойствами [4].

За последние несколько десятилетий благодаря появлению высокointенсивных источников рентгеновского излучения (Синхротронного излучения, СИ) и оборудования высокого спектрального разрешения возможности NEXAFS – спектроскопии значительно расширились. Это обеспечило эффективное использование NEXAFS – спектроскопии для изучения

электронной структуры, строения, атомного и химического состава наноразмерных структур и материалов.

В настоящей работе обсуждаются проблемы, связанные с проведением абсолютных измерений сечений поглощения с использованием СИ, а также определения из них распределений сил осцилляторов в области NEXAFS – рентгеновских спектров на примере нанообразующих материалов, таких как фуллерит C<sub>60</sub>, высокоориентированный пиролитический графит (high oriented pyrolytic graphite, HOPG) и многостенные углеродные нанотрубки (multi wall carbon nanotube, MWCNT).

Сила осцилляторов определяется волновой функцией начального  $\psi_i$  и возбужденного  $\psi_e$  состояний электрона и плотностью свободных состояний  $\rho(\epsilon)$  в веществе (атом, молекула, квазимолекула или кластер) и может быть рассчитана теоретически в рамках одноэлектронного приближения [3,4].

$$f_{i,e} = 2m \epsilon / \hbar^2 \cdot |\mathbf{D}_{i,e}|^2 \rho(\epsilon) \quad (2)$$

$$|\mathbf{D}_{i,e}| = \int \psi_i(\mathbf{r}) \psi_e \mathbf{d}\mathbf{r} \quad (1)$$

где  $\epsilon$  – энергия конечного состояния,  $D_{i,e}$  – матричный элемент оператора дипольного момента,  $\mathbf{c}$  - вектор поляризации рентгеновского излучения. Величина силы осциллятора определяется интегрированием по энергии экспериментальной зависимости сечения поглощения в соответствии с соотношением [4]

$$\sigma_{i,e} = \pi e^2 h / mc \frac{\partial f}{\partial \epsilon} = 109.8 (\text{Mb} \cdot \text{eV}) \frac{\partial f}{\partial \epsilon} \quad (3)$$

где  $\frac{\partial f}{\partial \epsilon}$  – спектральная плотность сил осцилляторов. Таким образом, экспериментальное определение распределения сил осцилляторов рентгеновских переходов в области NEXAFS сводится к корректному измерению спектральной зависимости сечения поглощения и разложению на составляющие компоненты с последующим интегрированием по энергии. Для решения этой задачи необходимо обеспечить высокую степень монохроматизации рентгеновского излучения и свести к минимуму аппаратурные искажения.

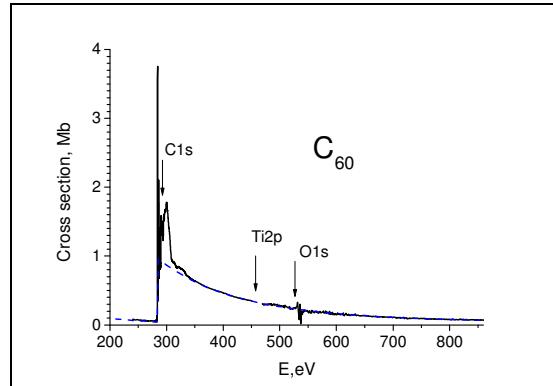
В ряде предыдущих работ подробно рассмотрено решение этих проблем и описана ме-

тодика измерения спектральных зависимостей сечения поглощения и распределение сил осцилляторов в области NEXAFS C1s - спектра поглощения использованием СИ [5,6].

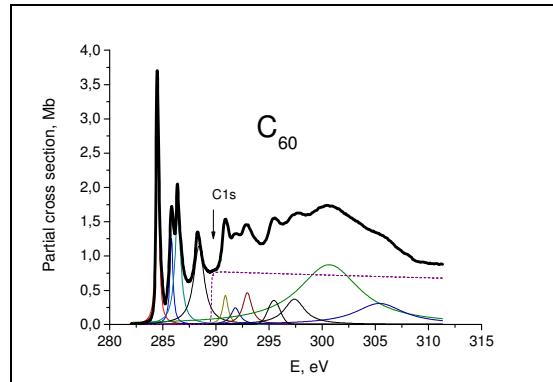
Исследования NEXAFS C1s-спектров поглощения проводились на Русско-Немецком канале выхода и монохроматизации СИ на BESSY-II методом полного электронного выхода (Total electron Yield, TEY) [7]. Для подавления рассеянного фона и коротковолнового излучения кратных порядков использовался фильтр из титановой пленки толщиной 230 нм, закрепленной на золотой сетке.

На рис.1 показана спектральная зависимость сечения поглощения фуллерена  $C_{60}$  в абсолютной шкале (в Mb), полученная путем деления монохроматического сигнала TEY фуллерена на интенсивность монохроматизированного СИ с последующим приведением к абсолютной шкале сечений поглощения (деление MC TEY фуллерена на подобранный коэффициент) по спектральной зависимости атома углерода [2]. Из рисунка видно, что полученная экспериментально зависимость сечения поглощения фуллерена в широком интервале энергий квантов хорошо согласуется вне области NEXAFS C1s-спектра с данными по атомным сечениям поглощения атома углерода. Наблюдаемые при этом осцилляции в области O1s-края связаны с собственной структурой в падающем пучке СИ от оксидного слоя на поверхности оптических элементов в канале. Описанный выше процесс обработки данных, полученных методом TEY, основан на том факте, что величина полного электронного выхода пропорциональна произведению сечения поглощения и интенсивности падающего монохроматического излучения [8,9]. При условии высокой монохроматизации СИ, интенсивность СИ может быть определена путем деления сигнала TEY эталона (в нашем случае чистого золота) на его сечение поглощения (в нашем случае сечения атома золота). А затем при исследовании требуемого образца путем деления сигнала TEY на найденную интенсивность СИ по золоту возможно определить сечение образца в относительных единицах с последующим приведением к абсолютной шкале сечения поглощения по табличным данным [2] вне области края поглощения. Необходимым условием применения описанного выше подхода измерения сечений поглощения является высокая степень монохроматизации СИ, что обеспечивается в настоящей работе. Существенным моментом является также учет аппаратурных искажений, приводящих к «эффекту толщины» [8-10]. В случае применения метода TEY влияние аппаратурных искажений сведено к минимуму вследствие малой глубины выхода фотоэлектронов с поверхности образца. На рис. 2 показана

спектральная зависимость парциальных сечений поглощения фуллерена в области C1s- порога ионизации), разложенная на составляющие, путем аппроксимации полос поглощения дисперсионной функцией, а края поглощения арктангенсойдой [11]. При этом положения края поглощения выбиралось равным 289.6 эВ энергии связи C1s-электрона в молекуле фуллерена [10]. Интегрирование по компонентам спектра поглощения фуллерена позволяет вычислить силы осцилляторов рентгеновских переходов из C1s состояния на свободные молекулярные орбитали  $C_{60}$ .

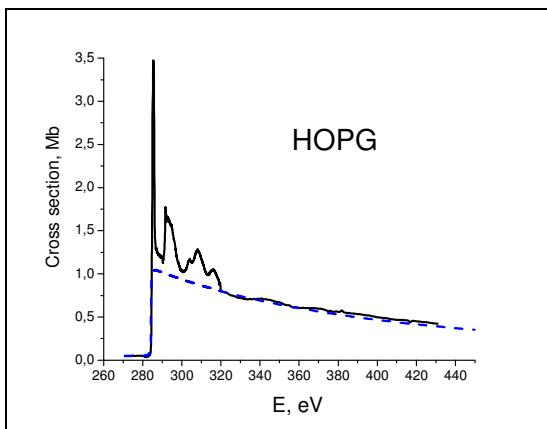


**Рис.1.** Спектральные зависимости сечения поглощения фуллерена  $C_{60}$  в абсолютной шкале (сплошная линия) и атома углерода [2].

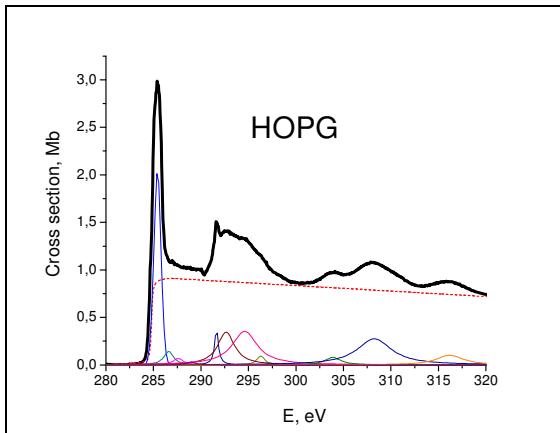


**Рис.2.** Спектральные зависимости парциальных сечений поглощения фуллерена  $C_{60}$  и разложение на составляющие пики поглощения. (сплошные линии). Стрелкой обозначена энергия связи C1s электрона (289,60 эВ) в молекуле фуллерена [11].

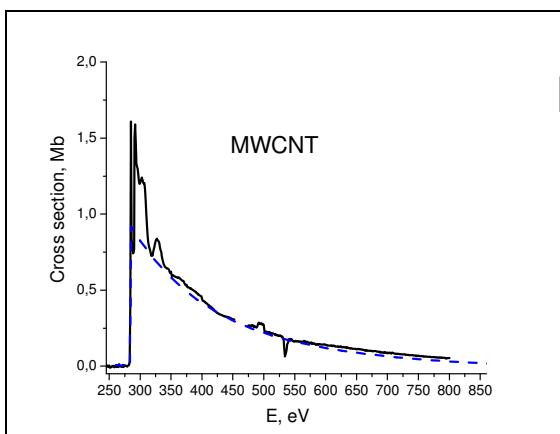
На рис.3,4 и рис 5,6 представлены аналогичные зависимости, полученные по описанным выше методикам в области NEXAFS C1s спектров. В случае HOPG приведен спектр полученный при скользящем угле 20 градусов падения линейно поляризованного пучка СИ на поверхность образца. При разложении NEXAFS C1s спектров HOPG и MWCNT на составляющие компоненты положение края поглощения принималось равным энергии связи 284.8 эВ.



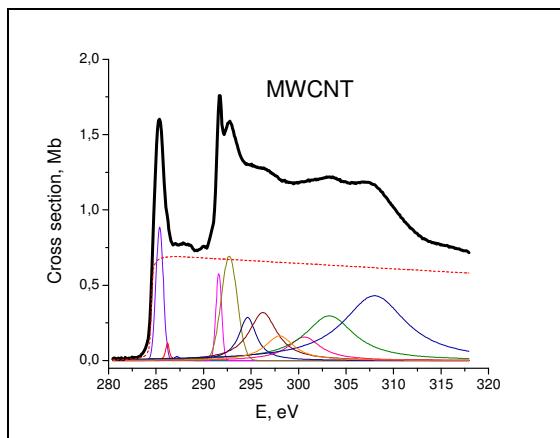
**Fig.3.** Спектральные зависимости сечения поглощения HOPG абсолютной шкале (сплошная линия) и атома углерода [2].



**Fig.4..** Спектральные зависимости парциальных сечений поглощения HOPG и разложение на составляющие пики поглощения. (сплошные линии).



**Fig.5.** Спектральные зависимости сечения поглощения MWCNT в абсолютной шкале (сплошная линия) и атома углерода [2].



**Fig.6..** Спектральные зависимости парциальных сечений поглощения MWCNT и разложение на составляющие пики поглощения (сплошные линии).

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY II и при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ(№ 12-02-00088-а) и Президиума КНЦ УрО РАН - 12-У-1-1010.

- [1] J .Stor, NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992).
- [2] Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. Atom. Data and Nucl.Data Tables., **54**, 181 (1993).
- [3] Бете Г., Солпитер Е.Е. Квантовая механика атомов с одним и двумя электронами. М., ГИФМЛ, 1960.
- [4] Фано.У, Купер. Дж. Спектральное распределение сил осцилляторов в атомах.– М., наука, 1972, 191с.
- [5] В.Н. Сивков, А.С. Виноградов. Опт. и спектр., **93**, 431 (2002).
- [6] Kummer K., V.N. Sivkov, D.V. Vyalikh, V.V. Maslyuk, A. Bluher, S.V. Nekipelov, T. Bredow, I. Mertig, M. Mertig, S.L. Molodtsov. Phys. Rev. B. **80**. 155433. (2009).
- [7] Fedoseenko S.I., Vyalikh D.V., Iossifov I.F., Follath R., Gorovikov.S.A., Püttner R., Schmidt, J.-S., Molodtsov S.L., Adamchuk V.K.; Gudat W., Kaindl G., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A, **505**, 718 (2003)
- [8] Lykirkii A.P., Zimkina T.M. Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Fiz., **28**, 765 (1964).
- [9] Gudat W., Kunz C. Phys. Rev. Letter, **29**, 169 (1972).
- [10] Parratt G.L., Hempstead C.F., Jossem E.I.. Phys. Rev., **105**, 1228 (1957).
- [11] A.J. Maxwell, P.A. Bruhwiler, D. Arvanitis, J. Hasselstrom, N. Martensson, Chem. Phys. Lett., **260**, 71 (1990).

# РЕНТГЕНОВСКАЯ РЕФРАКЦИОННАЯ ТОМОГРАФИЯ НА СИНХРОТРОННОМ ИЗЛУЧЕНИИ

**К.М.Подурец, А.А.Калоян, Е.С.Коваленко**

НИЦ «Курчатовский институт», Москва

[podurets@yandex.ru](mailto:podurets@yandex.ru)

Рентгеновская томография как метод получения трехмерных изображений объекта широко используется в различных областях исследований, таких как неразрушающий контроль изделий, биология и медицина, минералогия и палеонтология, и многих других. Томографическая съемка заключается в регистрации проекций объекта при повороте объекта вокруг оси с последующей математической обработкой – восстановлением объемного изображения. [1] В рентгеновской томографии зачастую возникает задача усиления контраста, так как вещества, составляющие исследуемый объект, мало различаются по коэффициенту поглощения [2]. Одним из способов решения этой задачи является применение фазоконтрастных методов получения исходных проекций. В условиях высокой пространственной когерентности пучка для реализации фазового контраста может применяться осевой метод [3], когда когерентность недостаточна [4], предпочтительно применение метода рефракционного контраста, реализуемого с помощью отражения пучка от совершенных кристаллов [5]. Аналогичный метод реализовывался в работах [6-7], однако, основной трудностью, возникающей при получении количественных данных из обработки проекций, является необходимость съемки исходных проекций на склоне кривой качания, что для жесткого излучения является сложной экспериментальной проблемой. В данной работе приводятся результаты экспериментов по рефракционной томографии, проведенные на станции «Медиана» Курчатовского источника синхротронного излучения [8] и предлагается простой подход к извлечению данных о показателе преломления на основании приближения геометрической оптики.

## **1. Методика экспериментов.**

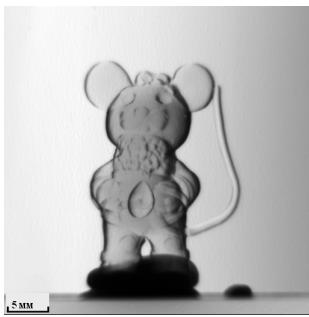
Эксперимент проводили на двухкристальном спектрометре станции «Медиана» Курчатовского источника синхротронного излучения. В качестве кристаллов использовались пластины кремния ориентацией (100) и (111) с отражениями (511) и (333), соответственно. Энергия излучения составляла  $E=25$  кэВ. Образец помещался между кристаллами на поворотном механизме,

обеспечивающем поворот вокруг оси, перпендикулярной пучку. Изображения регистрировали детектором на базе цифровой ПЗС-камеры со сцинтиллятором из поликристаллического  $CsI(Tl)$ , размер пикселя составлял 30 мкм, время экспозиции одной проекции составляло около 20 с. При съемке 360 проекций (поворот на  $180^\circ$  через  $0,5^\circ$ ) время съемки достигало нескольких часов. Основной экспериментальной трудностью метода является длительное удержание кристаллов в отражающем положении при узкой (около 0.5 угл.сек.) кривой качания. Эта проблема решалась с помощью активного поддержания максимальной интенсивности при помощи системы с обратной связью, состоящей из видеокамеры, регистрирующей пучок на люминофорном экране, и пьезопривода. Таким образом, в отличие от [6-7], съемка велась на пике кривой качания. Первичная обработка проекций (очистка от шума, учет фона и неоднородностей пучка, нормировка) проводилась с помощью макросов программы ImageJ [9], восстановление срезов по проекциям выполнялось методом свертки и обратного проецирования с использованием радиального фильтра.

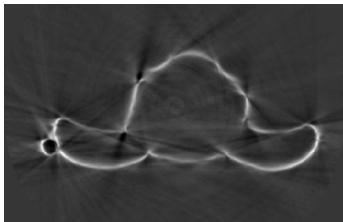
Для демонстрационного эксперимента в качестве объекта была взята пластмассовая фигурка мыши высотой около 2 см (Рис.1). Съемка проводилась с объектом в воздухе и в пробирке с водой, причем разница плотности воды и пластмассы мала, что затрудняет наблюдение фигурки за счет абсорбционного контраста. Объект не является фигурой вращения, упрощающей задачу восстановления.



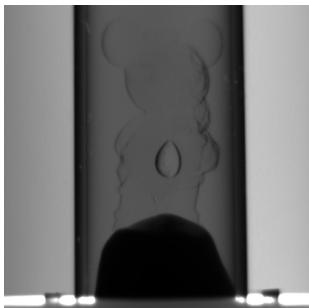
*Rис.1. Модельный объект*



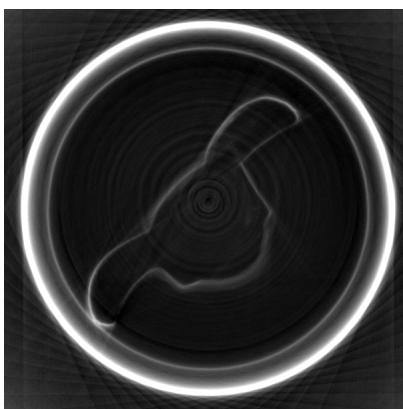
*Рис.2 Одна из рефракционных проекций модельного объекта.*



*Рис.3 Одно из томографических сечений модельного объекта.*



*Рис.4 Одна из рефракционных проекций модельного объекта в воде.*



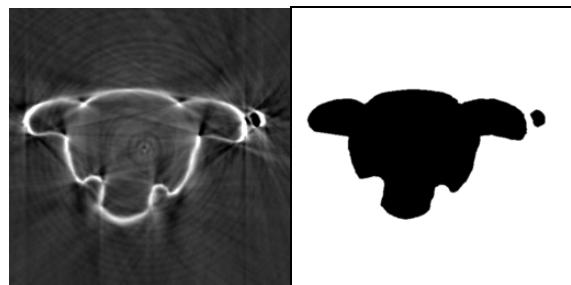
*Рис.5 Одно из томографических сечений модельного объекта в воде.*

### 3. Результаты и обработка

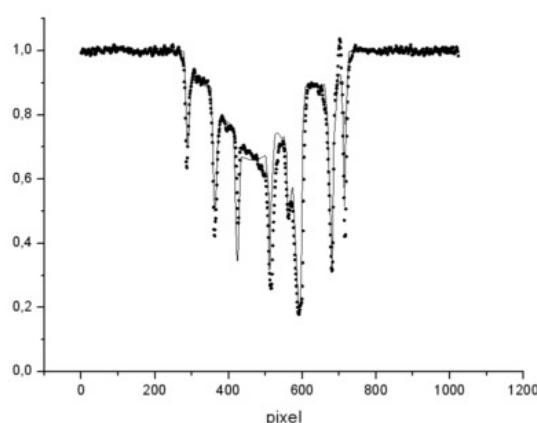
На проекциях на краях изображения фигурки мыши наблюдается сильный рефракционный контраст, который также приводит к сильному, почти равномерному оконтуриванию изображения на восстановленных срезах (Рис. 2,3). В случае съемки объекта в воде, скачок показателя преломления на границе объекта существенно

меньше, и контраст существенно слабее (Рис. 4,5).

Известно, что расчет проекций для фигур вращения в рамках геометрической оптики хорошо описывает наблюдаемые проекции [10,11]. Применим данный подход к описанию рефракционного контраста на фигуре произвольной формы. Для того чтобы вычислить проекцию объекта сложной формы, можно аппроксимировать форму объекта многогранником, после чего для каждого луча суммировать углы преломления по всем граням, пересекаемым данным лучом, с учетом знака углового отклонения, меняющегося при переходе из оптически более плотной среды в менее плотную и наоборот. Аппроксимация формы объекта может быть выполнена по результатам томографического восстановления объекта по проекциям. Было выбрано одно из сечений, для которого и была проделана данная процедура (Рис.6). В соответствии с полученной формой объекта для этого сечения была рассчитана исходная рефракционная проекция, для чего для каждого луча ( $y=\text{const}$ ) определялась суммарное отклонение пучка на пересекаемых им поверхностях раздела, и в соответствии с инструментальной кривой качания двухкристального спектрометра определялась интенсивность каждого луча. Для расчета бралось табличное значение плотности пластмассы. Из сравнения кривых на Рис. 7 видно, что таким способом было достигнуто удовлетворительное согласие между экспериментальной и расчетной проекциями. Очевидно, что учет наклона каждой грани модели, который может быть определен с помощью соседних сечений, и проведение процедуры подгонки позволит достигнуть лучшего согласия и таким образом, определить значения показателя преломления, коэффициента поглощения, и, соответственно, плотности вещества.

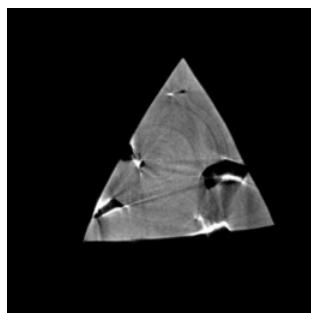


*Рис.6 Одно из томографических сечений модельного объекта и его описание многоугольником.*



*Рис.7 Сравнение экспериментальной проекции (точки), соответствующей Рис.6, с расчетом (линия).*

Таким образом показано, что на жестком излучении может применяться методика рефракционной томографии со съемкой проекций на пике кривой качания. Информация о плотности вещества может извлекаться путем моделирования проекций на основе формы объекта, получаемой из томографического восстановления. Метод может применяться для исследования слабопоглощающих объектов (Рис.8).



*Рис.8 Рефракционная томограмма сыра.*

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно - технологического комплекса России на 2007-2013 годы», государственные контракты № 16.552.11.7055 и № 14.518.11.7033, на оборудовании ЦКП «Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий».

#### Литература

1. Herman, G.T, Fundamentals of Computerized Tomography: Image Reconstruction from Projections, 2nd Edition, Springer, 2009
2. Пахневич А.В. // Минералогические перспективы-2011. Сыктывкар, 2011. С. 124-125.
3. A. Snigirev, I. Snigireva, V.G. Kohn, I. Schelokov, Rev. Sci. Instrum., 66 (1995) 5486.
4. Снигирев А.А., Кон В.Г., Мухамеджанов Э.Х., Снигирева И.И., Маевский А.Г., Квардаков В.В., Ковальчук М.В., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2007, № 1, с. 3-9.
5. Подурец К.М., Соменков В.А., Шильштейн С.Ш. //ЖТФ 1989,58, №6, с.115-121
6. Подурец К.М. // ЖТФ 1995 т.65, в.4 с.167-174
7. G.V. Momot, K.M. Podurets, D.K. Pogorelyi, V.A. Somenkov, and E.V. Yakovenko, // Crystallography Reports, 2011, Vol. 56, No. 7, pp. 20–25.
8. A.A. Manushkin, D.K. Pogorelyi, K.M. Podurets, A.A. Vazina, T.S. Lagoda, V.A. Somenkov. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 575 (2007) 225–227
9. Rasband, W.S., ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, <http://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2011.
10. В.А. Бушуев, А.А. Сергеев // Письма в ЖТФ, 1999, т.25, №3.
11. F.A. Dilmanian, Z. Zhong, B. Ren, X.Y. Wu, L.D. Chapman, W.C. Thomlinson // Phys. Med. Biol., 45 (2000), 933-946.11.

# Влияние линейных и угловых смещений преломляющих линз на параметры фокусировки преломляющей оптической системы

Поликарпов М.<sup>1)</sup>, Любомирский М.<sup>2)</sup>, Снигирева И.<sup>2)</sup>, Снигирев А.<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ», Москва, Россия

<sup>2)</sup> ESRF, Гренобль, Франция

[Polikarpov.maxim@gmail.com](mailto:Polikarpov.maxim@gmail.com)

## Введение

Прошло более 15 лет с момента имплементации преломляющих линз для жесткого рентгеновского спектра [1]. За этот период рефракционная оптика, основанная на преломляющих линзах, не только стала стандартным элементом оборудования синхротронных станций, но и шагнула далеко вперед, значительно расширяя возможности современных методов исследования микро- и нано-объектов с использованием синхротронного излучения (nano-интерферометрия, микроскопия высокого разрешения, рентгеновская микроскопия стоячих волн и т.д.). Существенную роль в этом развитии сыграла реализация перестраиваемой оптики - рентгеновских трансфокаторов [2], позволяющих непрерывно изменять фокусное расстояние путем добавления одного или нескольких картриджей с линзами. Ввиду неидеального положения картриджей в трансфокаторе относительно друг друга, могут возникать различного рода линейные и угловые отклонения и возникает вопрос о допустимой величине данных отклонений без заметной потери в параметрах фокусировки.

В данной работе рассматривается влияние угловых и линейных смещений линз в системах параболических преломляющих линз на параметры сфокусированного изображения – интенсивность, размер фокального пятна и его положение на детекторе. Были рассмотрены: смещения двух одиночных линз, отстоящих друг от друга на фиксированное расстояние; смещения двух непрерывно преломляющих рентгеновских линз (системы, состоящие из набора рядом стоящих линз), отстоящих друг от друга на фиксированное расстояние; смещения отдельно взятого набора линз в непрерывно преломляющей системе. Произведен анализ полученных данных и сделаны выводы относительно возможного влияния такого рода отклонений на параметры фокусировки в современных трансфокаторах.

## Эксперимент

Эксперимент проводился на Micro Optics Test Bench (MOTB) станции ID06 Европейского источника синхротронного излучения (ESRF). MOTB расположен на расстоянии 56 метров от ондулятора, размеры пучка на выходе из которого составляют, приблизительно, 25 и 950 мкм в высоту и ширину, соответственно. Двухкриスタльный кремниевый монохроматор с криогенным охлаждением используется для выборки энергии в диапазоне 6-60 кэВ. Экспериментальная установка располагается на гранитном оптическом столе, 1,5 м шириной и 2,5 м длиной, (рис. 1) и состоит из трех механических модулей:

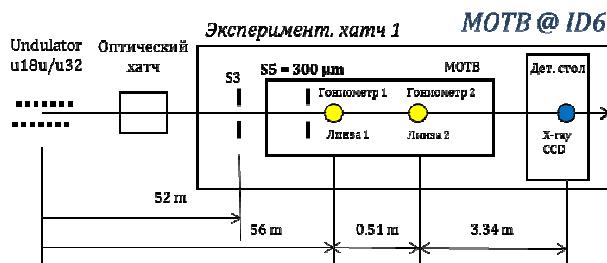
- Держатель оптики - гoniометр с пятью степенями свободы ( $Y, Z, \theta, \chi, \phi$ );
- Диагностический держатель (держатель образца) – гoniометр с тремя степенями свободы ( $Y, Z, \theta$ );
- Держатель рентгеновской CCD-камеры (Sensicam QE - 12 bit, see figure 3.1) в сочетании с PIN диодом.



Рисунок 1. MOTB на ID06, ESRF.

**В первой части эксперимента** две одиночные параболические бериллиевые преломляющие линзы, радиусом  $R=50$  мкм, (эффективная апертура линз -  $A_{eff} = 1223$  мкм)

были установлены раздельно на гониометры оптического стола (рис.2).



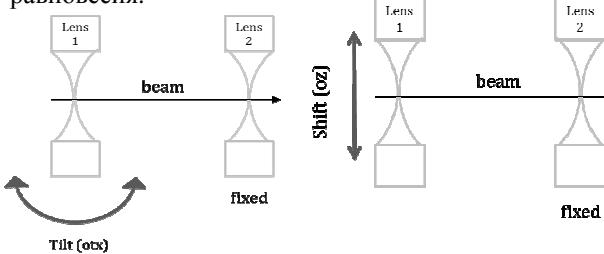
**Рисунок 2.** Схема эксперимента с одиночными бериллиевыми линзами.

Эксперимент проводился на энергии  $E=10\text{ кэВ}$ , а ширина щелей  $S_5$  перед первой линзой была задана 350 мкм. После настройки оптической системы, размер изображения пучка в фокусе (ПШПВ) составил 3,33 мкм.

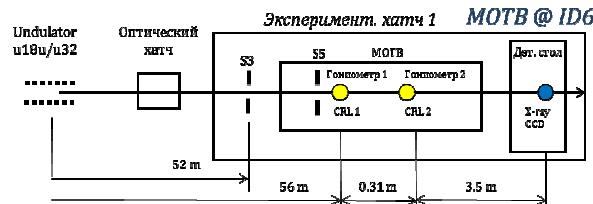
Затем, в первую очередь, было проделано угловое смещение первой линзы из положения равновесия (строго перпендикулярно пучку) вокруг оси, перпендикулярной пучку и параллельной оптическому столу (рис. 3, слева). Вторая линза была неподвижна.

После этого, был проделан сдвиг первой линзы из положения равновесия вдоль оси  $z$ , перпендикулярной плоскости оптического стола (рис.3, справа). Вторая линза была неподвижна.

В обоих случаях измерялись зависимости интенсивности, размеров изображения в фокусе (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от смещений из положения равновесия.



**Рисунок 3.** Угловое (слева) и линейное (справа) смещение одиночной линзы из положения равновесия в первой части эксперимента.



**Рисунок 4.** Схема эксперимента с двумя СПЛ (по 25 одиночных линз, радиусом  $R=200$  мкм в каждой СПЛ).

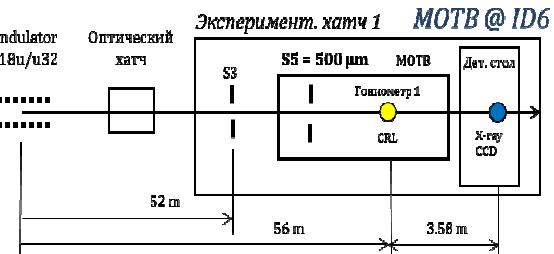
Во второй части эксперимента были использованы две составные преломляющие

линзы (СПЛ). В каждой СПЛ находилось по 25 одиночных линз, радиусом  $R=200$  мкм (эффективная апертура СПЛ -  $A_{\text{eff}} = 887$  мкм). СПЛ были установлены в боксы и помещены на гониометры оптического стола (рис. 4).

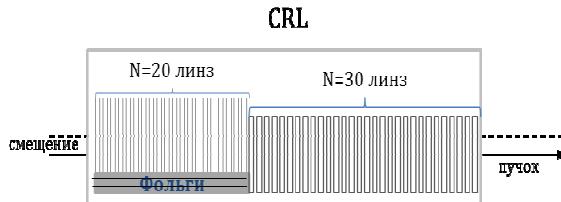
Идеяно и технически вторая часть эксперимента полностью повторяла первую. Были проведены угловые и линейные смещения первой СПЛ из положения равновесия (строго перпендикулярно пучку) в то время, как вторая СПЛ оставалась неподвижной. Измерялись зависимости интенсивности, размеров изображения в фокусе (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от смещений из положения равновесия.

Эксперимент проводился на энергии  $E=24\text{ кэВ}$ , а ширина щели  $S_5$  перед первой СПЛ была различна: для случая сдвига –  $S_5=690$  мкм, а для случая качания –  $S_5=200$  мкм.

В завершающей, третьей, части эксперимента была использована лишь одна СПЛ, с 50-ю одиночными линзами, радиусом  $R=200$  мкм, внутри (эффективная апертура -  $A_{\text{eff}} = 992$  мкм и  $A_{\text{eff}} = 810$  мкм для СПЛ из первых 20-ти и СПЛ из последних 30-ти линз в общей СПЛ из 50-ти линз, соответственно). СПЛ была установлена в бокс на первый гониометр оптического стола (рис. 5). Эксперимент проводился на энергии  $E=24\text{ кэВ}$ , а ширина щели  $S_5$  перед СПЛ была задана равной 500 мкм. В ходе эксперимента, под набор первых 20-ти линз СПЛ подкладывались фольги, толщиной 13 мкм каждая (рис.6). Измерялись зависимости интенсивности, размеров изображения в фокусе (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от числа подложенных фольг.



**Рисунок 5.** Схема эксперимента с одной СПЛ с 25-ю линзами, радиусом  $R=200$  мкм.



**Рисунок 6.** Схема эксперимента со сдвигом первых 20-ти линз СПЛ.

## Результаты и обсуждение

Как одиночные, так и составные преломляющие линзы показали высокую стабильность при **угловых смещениях** из положения равновесия, в котором линза строго перпендикулярна пучку. В первой части эксперимента, где рассматривались одиночные линзы, радиусом  $R=50$  мкм, вертикальный размер изображения в фокусе (ПШПВ) был постоянен (здесь и далее, говоря постоянен, мы имеем ввиду то, что изменения происходят в пределах погрешности детектора, равной 0,3 мкм), вплоть до наклона первой линзы на угол  $1.5^\circ$ , а падение интенсивности составляло не более 10 %, вплоть до наклона на угол  $1.2^\circ$ .

Когда же, во второй части эксперимента, мы рассмотрели две составные преломляющие линзы (по 25 линз, радиусом  $R=200$  мкм, в каждой СПЛ), то вертикальный размер изображения в фокусе (ПШПВ) оказался постоянен, вплоть до наклона на угол  $0.8^\circ$ , а падение интенсивности составляло не более 10%, вплоть до наклона на угол  $0.3^\circ$ .

В обеих частях эксперимента, при угловом смещении не происходило изменения положения изображения на детекторе.

**Линейный сдвиг** из положения равновесия вдоль оси Z, перпендикулярной плоскости оптического стола, показал следующие результаты:

В случае двух одиночных линз, размер изображения в фокусе (ПШПВ) был постоянен, вплоть до сдвига на 150 мкм, в то время, как в случае двух СПЛ, он был постоянен, вплоть до сдвига на 110 мкм. Падение интенсивности не превысило 10 % при смещениях на 50 мкм и 60 мкм для случая одиночной линзы и СПЛ, соответственно.

Такие короткие интервалы стабильности размеров изображения в фокусе могут быть объяснены фактом изменения глубины фокуса в процессе смещения линз из положения равновесия. Поэтому, необходимо осуществлять сканирование глубины фокуса отдельно для каждого смещения, что может дать, в итоге, более хорошие результаты для интервала стабильности размеров изображения. При подготовке к эксперименту такой эффект не ожидался, и этого проделано не было.

**В третьей части эксперимента** с одной СПЛ (50 линз радиусом  $R=200$  мкм) размер изображения в фокусе (ПШПВ) был постоянен вплоть до сдвига на 130 мкм, а падение интенсивности составляло не более 10 %, вплоть до сдвига на 80 мкм первых 20 линз СПЛ.

Положение изображения на детекторе изменялось линейно в течение всех частей эксперимента с линейным сдвигом линз.

Все вышеперечисленные результаты приведены в таблице 1.

		Интервал стабильности	
		Линейный сдвиг по оси Z (мкм)	Качание (Градусы)
Одиночные Ве линзы	Размеры фокуса стабильны	± 150	± 1.5
	Падение интен-ти<10%	± 50	± 1.2
Две СПЛ	Размеры фокуса стабильны	± 110	± 0.8
	Падение интен-ти<10%	± 60	± 0.5
Одна СПЛ с фольгами	Размеры фокуса стабильны	>130	
	Падение интен-ти<10%	± 80	

**Таблица 1.** Результаты эксперимента с качанием и линейным сдвигом одиночных линз и СПЛ, а также эксперимента с фольгами.

Изменение интенсивности и размеров изображения в фокусе может быть объяснено следующим. Длина пути рентгеновского луча при прохождении через бериллиевую линзу возрастает при выводе линзы из положения равновесия, вызывая увеличение поглощения в бериллии, что ведет к падению интенсивности. Более того, эффективная апертура и фокусирующие свойства системы линз изменяются при таких отклонениях из положения равновесия, что и влияет на размер изображения в фокусе.

Полученные нами результаты позволяют судить о высокой стабильности как одиночных, так и составных преломляющих линз при их различного рода отклонениях из положения равновесия. Принимая во внимание факт высокой точности современных устройств (таких, как пневматические приводы в трансфокаторе, обеспечивающие прецизионную установку картриджа и на оптическую ось, и по отношению к другим картриджам; или высокое качество самих картриджей, обеспечивающее практически идеальную установку линз внутри), мы с уверенностью можем говорить, что эта точность намного выше, чем значения отклонений линз из положения равновесия, требуемые для оказания влияния на параметры фокусировки оптической системы.

[1] Snigirev, A., V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler, 1996: *A compound Refractive Lens for focusing High-Energy X-rays*. Nature, **384**, 49-51.

[2] Snigirev, A., Snigireva, I., Vaughan, G., Wright, J., Rossat, M., Bytchkov, A. & Curfs, C. (2009). J. Phys. Conf. Ser. **186**, 012073.

# РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ, ВЫРАЩЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ОСЛАБЛЕННОЙ ТЕРМОГРАВИТАЦИОННОЙ КОНВЕКЦИИ

**И.А. Прохоров<sup>1</sup>, И.Л. Шульпина<sup>2</sup>, Ю.А. Серебряков<sup>1</sup>, И.Ж. Безбах<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук  
НИЦ “Космическое материаловедение”, ул. Академическая, 8, 248640 Калуга, Россия

<sup>2</sup> ФГБУН Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН,  
ул. Политехническая, 26, 194021 Санкт-Петербург, Россия  
igor.prokhorov@mail.ru

Последнее время ознаменовалось двумя важнейшими юбилейными событиями в истории развития науки. В июле 2012 года исполнилось 100 лет со дня открытия Максом фон Лауз дифракции рентгеновских лучей, положившего начало широкомасштабным исследованиям структурных характеристик материалов. В числе методов, основанных на дифракции рентгеновских лучей и применяемых для исследования реальной структуры кристаллов, особое место принадлежит рентгеновской топографии (РТ).

12-ого апреля 2011 года исполнилось 50 лет полету в космос Ю.А. Гагарина. Это особая дата, отмеченная во всем мире. В России 2011 год был объявлен годом космонавтики. Полет Ю.А. Гагарина – событие огромного значения, поворотный пункт в истории цивилизации. С этого времени проводится углубленное и разностороннее изучение условий микрогравитации, в том числе как новой технологической среды.

Эти выдающиеся события удивительным образом нашли отражение в области космического материаловедения, активно развивающегося в нашей стране с 1969 года.

В земных условиях сила гравитации препятствует получению материалов, однородных по распределению компонентов и фаз. Это проявляется в ликвации по весу, что ограничивает получение композиционных материалов по причине плохой смешиваемости компонентов. Сильная термогравитационная нестационарная конвекция приводит к нестабильности параметров роста кристаллов, и это ограничивает возможности получения кристаллов с высокой степенью однородности и совершенства структуры.

Управляемые и автоматические космические аппараты (АКА) позволяют осуществлять условия длительной невесомости, когда ускорение силы тяжести составляет  $g \sim (10^{-5} - 10^{-6}) g_0$ , где  $g_0$  – ускорение силы тяжести на Земле. В этих условиях снимаются или сильно снижаются соответствующие ограничения. Поэтому интерес к космосу как уникальной технологической среде очень велик. В частности, при выращивании кристаллов полупроводников в условиях микрогравитации при практически полном отсутствии термогравитационной конвекции может быть

естественным образом реализован диффузионно-контролируемый режим роста, что позволяет надеяться на получение в высшей степени однородных кристаллов.

Для характеристики таких кристаллов необходимо развитие адекватных высокочувствительных методов контроля слабых концентрационных неоднородностей с высоким пространственным разрешением. Этим требованиям в наибольшей степени удовлетворяют методы РТ, которые позволяют получать комплексную информацию о взаимосвязи структурных и концентрационных неоднородностей в кристаллах.

В докладе обобщается опыт применения рентгеновских топографических методов Ланга, аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ), метода Берга-Баретта-Ньюкирка, углового сканирования, двухкристальной плосковолновой рентгеновской топографии для диагностики кристаллов, выращенных в различных условиях тепломассопереноса. На примере кристаллов Ge(Ga), GaSb(Si), GaSb(Te) показана высокая эффективность этих методов и развитых на их основе методик для характеристики кристаллов полученных в условиях ослабленной термогравитационной конвекции при физическом моделировании условий микрогравитации, а также выращенных по программе наземной подготовки полетных экспериментов и на борту АКА “Фoton”.

Проведённые к настоящему времени эксперименты по росту кристаллов в космосе показали, что специфические факторы орбитального полета (остаточные квазистационарные микроДускорения, вибрации, сложный характер изменения малых массовых сил, конвекция Марангони и т.п.) влияют на ход процесса кристаллизации, значительно усложняя возможность воспроизведенного получения однородных и совершенных кристаллов [1, 2]. Концентрационные неоднородности в кристаллах отражают особенности тепломассопереноса вблизи фронта кристаллизации и являются основным источником информации об особенностях процесса кристаллизации и возмущающих эффектах различных внешних факторов. Изучению закономерностей формирования таких неоднородностей уделяется особое внимание, поскольку они служат основой совер-

шествования технологий получения кристаллов с заданной структурой и свойствами.

На примере кристаллов Ge и GaSb детально проанализированы возможности применения методов РТ для характеристики микросегрегации в кристаллах [3–6]. Использование метода Ланга и АПРЛ в сочетании с цифровой обработкой РТ изображений позволяет получать частотные характеристики распределения примеси (Рис. 1) [3].

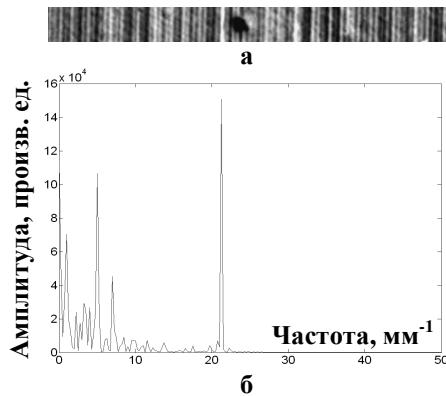


Рис. 1. Фрагмент рентгеновской топограммы с изображением полос роста (а) и спектральная плотность распределения яркости (б).

Применение двухкристальной плосковолновой рентгеновской топографии [5, 7] позволяет в отдельных случаях проводить количественные оценки малых (до  $\sim 10^{-7}$ ) деформаций кристаллической решетки и, соответственно, слабых вариаций состава кристаллов. На Рис. 2 показано изображение полосы роста, сформировавшейся в кристалле Ge(Ga) при физическом моделировании возмущающих факторов микрогравитации, в частности, изменения в процессе кристаллизации ориентации оси роста кристалла относительно направления вектора силы тяжести [5], характерного для роста на борту АКА.

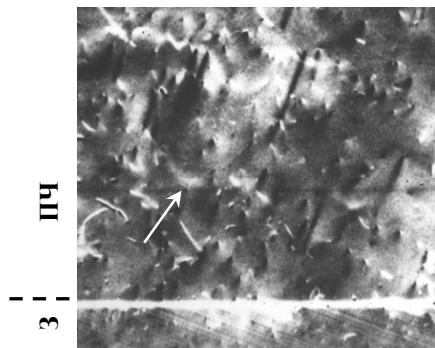


Рис. 2. Локальное нарушение в распределении примеси (стрелка) в кристалле Ge(Ga) при изменении ориентации оси роста относительно вектора силы тяжести. Двухкристальная рентгеновская топограмма, CuK<sub>α1</sub> излучение, отражение 511. З – затравка, ПЧ – перекристаллизованная часть.

Развитые нами методики дают возможность регистрировать незначительные изменения режимов роста и проводить анализ существующих

возмущений процесса кристаллизации по структурному отклику кристалла [3, 4, 6]. Кроме того, особенности зависимости контраста рентгенотопографического изображения полос роста от направления вектора дифракции могут служить индикатором изменения структурного состояния примеси в кристалле.

При наземной отработке полётных экспериментов было изучено влияние вибрационных и других динамических воздействий на расплав при направленной кристаллизации [8]. Методами рентгеновской топографии было выявлено заметное влияние на однородность кристаллов торсионных вибраций определенного диапазона частот и амплитуд, которое проявляется в формировании полос роста, в генерации полос скольжения и малоугловых границ, а также микровключений и характерного неравномерного распределения дислокаций [5, 9, 10].

Метод бестигельной зонной плавки (БЗП) среди других методов выращивания кристаллов в наибольшей степени использует преимущества условий микрогравитации. На Земле из-за соотношения сил поверхностного натяжения и гидростатического давления расплава этот метод используют только для получения особо чистых (с минимальным содержанием кислорода) монокристаллов Si. В космосе возможно удержание зоны расплава длиной до  $\sim$ трех диаметров. В настоящее время этим методом выращены кристаллы InSb, GaSb, GaAs, CdTe и твердые растворы на его основе, получены уникальные по чистоте кристаллы Ge [1]. Однако при выращивании методом БЗП легированных кристаллов наблюдается резко неоднородное распределение состава на макро- и микроуровне, обусловленное проявлением "эффекта грани" и развитием нестационарной конвекции Марангони в расплаве со свободной поверхностью. Это, в частности, убедительно продемонстрировали эксперименты по выращиванию методом БЗП кристаллов Ge(Ga) в условиях микрогравитации на борту АКА "Фотон-9" (Рис. 3) [11].

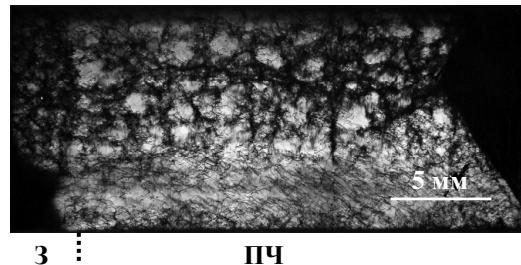


Рис. 3. Ячеистая дислокационная структура кристалла Ge(Ga), выращенного методом БЗП в условиях микрогравитации. Рентгеновская топограмма продольного (110) среза кристалла, метод АПРЛ, CuK<sub>α1</sub> излучение, отражение 220.

Выявленное металлографическим методом образование полос роста в перекристаллизованной части свидетельствует о том, что кристаллрос в условиях интенсивного перемешивания расплава из-за развития нестационарной конвек-

ции Марангони. А формирование специфических пакетов полос роста свидетельствует о пульсации интенсивности конвективных течений, что в значительной мере обусловлено особенностями движения АКА (вращение, прецессия) по орбите [12]. Если учесть выявленные рентгенотопографическими методами дефекты, связанные с образованием непроплавленной зоны, то следует признать, что полученные методом БЗП кристаллы сильно неоднородны по составу и структуре.

Поэтому наиболее перспективными для выращивания кристаллов в космосе являются методы, исключающие возникновение свободных поверхностей расплава в процессе кристаллизации. В частности, в кристаллах GaSb(Te), выращенных методом Бриджмена на борту АКА "Фотон-М3" и по программе послеполётных испытаний, полосы роста в перекристаллизованной части кристалла не обнаружены даже методом плосковолновой рентгеновской топографии (Рис. 4) [2].

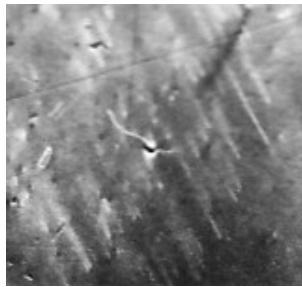


Рис. 4. Двухкристальная плосковолновая рентгеновская топограмма участка из перекристаллизованной части кристалла GaSb(Te), послеполётный эксперимент. CuK<sub>α1</sub> излучение, отражение 440. Видны изображения дислокаций, но полосы роста отсутствуют.

Спектральный Фурье-анализ распределения сопротивления растекания в выявленном методами РТ моноблоке полётного кристалла зарегистрировал периодичность в распределении примеси, соответствующую периоду обращения АКА "Фотон-М3" вокруг Земли [13]. Это подтверждает влияние слабых квазистационарных микроускорений на распределение примеси в кристалле и свидетельствует о необходимости размещения нового поколения ростового оборудования на виброзащитных и поворотных платформах, обеспечивающих постоянную ориентацию оси роста кристаллов вдоль вектора остаточных микроускорений [14].

Реализация на основе результатов космических экспериментов условий ослабленной термогравитационной конвекции в наземных ростовых процессах позволяет получать кристаллы, сопоставимые по микрооднородности свойств с полученными в условиях микрогравитации.

В частности, при выращивании в земных условиях кристаллов GaSb(Te) осесимметричный верхний подвод тепла, минимизация радиального и оптимизация осевого температурного градиентов в расплаве с обеспечением практически плоского фронта кристаллизации позволяют на

три порядка величины понизить уровень термогравитационной конвекции по сравнению с обычным методом Бриджмена с боковым нагревом [15]. Полосы роста в таких кристаллах методом плосковолновой рентгеновской топографии не выявляются. Наблюдается заметное уменьшение полуширины кривой симметричного отражения 440 от 6.5° для затравки, выращенной методом Чохральского, до 5.7° для перекристаллизованной части кристалла. Апробирование таких кристаллов при изготовлении термофотоэлектрических преобразователей (ТФЭП) показало, что повышение однородности кристаллов заметно повышает эффективность (КПД) фотопреобразования при изготовлении ТФЭП [15].

Сочетание прецизионных рентгенотопографических методов характеризации реальной структуры кристаллов с численным моделированием процессов тепломассопереноса в расплаве позволяет углубить понимание закономерностей формирования концентрационных неоднородностей в кристаллах и использовать это понимание для совершенствования технологии получения кристаллов с лучшей структурой и высокой однородностью свойств.

- [1] Мильвидский М.Г., Картавых А.В., Раков В.В., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 9, 17 (2001).
- [2] Шульпина И.Л., Захаров Б.Г., Парфеньев Р.В. и др., Физика твёрдого тела, **54**, вып. 7, 1264 (2012).
- [3] Прохоров И.А., Безбах И.Ж., Захаров Б.Г., Шульпина И.Л., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 5, 42 (2007).
- [4] Prokhorov I.A., Shul'pina I.L., Strelov V.I. et al., Phys. Status Solidi (c), **2**, 1902 (2005).
- [5] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Сидоров В.С., Стрелов В.И., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 2, 11(2009).
- [6] Prokhorov I.A., Serebryakov Yu.A., Zakharov B.G. et al., J. Cryst. Growth, **310**, 5477 (2008).
- [7] Maekawa I., Kudo Y., Kojima S. et al., Appl. Phys. Lett., **62**, № 23, 2980 (1993).
- [8] Стрелов В.И., Сидоров В.С., Захаров Б.Г., Кристаллография, **46**, №4, 759 (2001).
- [9] Стрелов В.И., Захаров Б.Г., Сидоров В.С. и др., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 10, 80 (2005).
- [10] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Стрелов В.И., и др., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 6, 23 (2005).
- [11] Prokhorov I.A., Zakharov B.G., Senchenkov A.S. et al, J. Cryst. Growth, **310**, 4701 (2008).
- [12] Бармин И.В., Егоров А.В. и др., Космические исследования, 39, №4, 407 (2001).
- [13] Серебряков Ю.А., Власов В.Н., Сидоров В.С., и др., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейtron. исслед., № 7, 59 (2012).
- [14] Земсков В.С., Раухман М.Р. и др., Космонавтика и ракетостроение, №4 (49), 18 (2007).
- [15] Серебряков Ю.А., Сидоров В.С. и др., Труды рег. конкурса проектов фундаментальных научных исследований, **17**, Калуга, 90 (2012).

## Рентгеновская дифракция на сверхрешетках с коррелированными квантовыми точками

В.И. Пунегов

Коми Научный Центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Россия

Методы высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии успешно применяются для диагностики эпитаксиальных структур различного типа, в том числе многослойных структур с квантовыми ямами и квантовыми точками (см. [1] и ссылки в ней). По-прежнему основной проблемой рентгенодифракционных исследований эпитаксиальных структур являются кристаллические ростовые дефекты в объеме эпитаксиальных структур, существенно влияющие на дифракционное рассеяние рентгеновского излучения и интерпретацию результатов исследования. Влияние дефектов на рассеяние рентгеновского излучения, корректная классификация структурных дефектов на основе экспериментальных данных, определение их типа, плотности и пространственного распределения до сих пор остается проблемой, требующей детальных исследований. Все сказанное в полной мере относится к гетероструктурам с квантовыми точками (КТ), которые вследствие неоднородности размеров и неоднородного пространственного распределения в объеме эпитаксиальных гетероструктур вносят заметный вклад в диффузное рассеяние рентгеновского излучения [2-4]. Исследование особенностей дифракционного рассеяния рентгеновского излучения на многослойной периодической структуре с КТ является основным предметом данной работы.

Исследованные структуры представляют собой аналог фотолюминисцентных структур с  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  барьерами толщиной 2  $\mu\text{m}$  (нижний слой) и 450 нм верхний, GaAs волноводами толщиной 240 нм и многослойной активной областью с слоями InAs квантовых точек, разделенными слоями GaAs толщиной 15 нм, в общей сложности повторенными 6, 10 и 20 раз. Структуры выращивались методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) на нелегированных GaAs(001) подложках. После удаления с поверхности подложки окисла мышьяка выращивался буферный слой GaAs при 610°C толщиной 300 нм, на котором формировалась основная исследуемая структура. Квантовые точки осаждались при  $T = 480^\circ\text{C}$  со скоростью  $\sim 0.035$  монослоя/сек.

Рентгенодифракционные измерения проводились на высокоразрешающем дифрактометре X'Pert MRD (PANalytical) с использованием многослойного фокусирующего зеркала, Ge(011) Bartels монохроматора и трехкратного Ge(011) анализатора дифрагируемого излучения. В ходе измерений снимались двух- и трехкристальные  $\omega$ -2 $\theta$  кривые дифракционного отражения (КДО) и трехкристальные  $\omega$  кривые на максимумах основных дифракционных пиков (GaAs(004), AlGaAs) и

сверхструктурных пиков от многослойной активной области ("OSL", " $\pm 1SL$ " и других). Картины пространственного распределения дифрагируемого излучения снимались с кристаллом-анализатором в режиме  $\omega$ -2 $\theta/\omega$  сканирования вблизи симметричного (004) и асимметричного (224) узлов обратной решетки.

Рассмотрено применение метода высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии для неразрушающего количественного анализа периодической структуры (сверхрешетки – СР) с вертикально упорядоченными квантовыми точками. Метод основан на численном моделировании карт распределения полной интенсивности рассеяния  $I_h^c(\mathbf{q}) = I_h^c(\mathbf{q}) + I_h^d(\mathbf{q})$  вблизи определенного узла обратной решетки, где  $I_h^c(\mathbf{q}) \sim f^2$  - интенсивность когерентного рассеяния,  $I_h^d(\mathbf{q}) \sim (1-f^2)$  - интенсивность диффузного рассеяния,  $f$  – статический фактор Дебая-Валлера, вектор  $\mathbf{q}$  определяет отклонение вектора дифракции от узла обратной решетки. До сих пор при таком моделировании анализировалось только диффузное рассеяние [2]. Между тем, когерентное рассеяние дает дополнительную информацию о слоях, в которых распределены КТ и структуре в целом. В частности, можно получить данные о толщине и среднем градиенте концентрации в смачивающем слое, о толщине разделяющего слоя, флуктуации периода СР с КТ, композиционной вариации периода СР и т.д. В исследуемом нами случае квантовые точки в силу их статистического распределения в плоскости эпитаксиальных слоев могут рассматриваться как протяженные дефекты структуры, вызывающие диффузное рассеяние и ослабляющие когерентную составляющую полного дифракционного рассеяния рентгеновского излучения. Статический фактор Дебая-Валлера, связывающий когерентную и диффузную интенсивности, в общем случае является произведением  $f = f_{QD} f_s$ , где

$f_{QD} = \exp(-c_{QD} V_{QD})$  – статический фактор, вызванный наличием КТ без учета упругой деформации вблизи них,  $f_s$  – статический фактор, обусловленный упругой деформацией вокруг квантовых точек и другими нарушениями трансляционного порядка кристаллической решетки (наличие точечных или протяженных дефектов, шероховатостей интерфейсов и т.д.). Здесь  $c_{QD}$  – объемная концентрация КТ,  $V_{QD}$  – средний объем КТ. В отличие от когерентной составляющей, диффузное рассеяние (ДР) несет информацию о самих квантовых точках, их форме, размере, упругой дефор-

мации, латеральной и вертикальной пространственной корреляции. Поскольку аналитическое решение когерентного рассеяния рентгеновского излучения от СР при наличии дефектов хорошо известно [5, 6], остановимся подробнее на рассмотрении диффузного рассеяния.

Выражение для интенсивности диффузного рассеяния при наличии пространственной корреляции КТ имеет вид

$$I_h^d(\mathbf{q}) = |a_h|^2 (1 - f^2) V_0 T(\mathbf{q}) \quad (1)$$

где  $V_0$  – засвеченный рентгеновским пучком объем кристалла, и  $a_h \sim F_{hkl}$  - усредненное по периоду СР значение рассеивающей способности кристалла [6],  $F_{hkl}$  - структурный фактор кристаллической решетки. Основным параметром выражения (1), отвечающим за угловое распределение интенсивности ДР является корреляционный объем

$$T(\mathbf{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho G(\rho) \exp(i\mathbf{q}\rho) \quad (2)$$

где  $G(\rho)$  - обобщенная корреляционная функция. Отметим, что пространственная корреляция КТ может быть описана моделями дальнего или ближнего порядка. В случае дальнего порядка имеет место жесткая фиксация равновесных положений всех КТ, при этом эти равновесные положения имеют строгий трансляционный порядок. Для ближнего порядка значение имеет закон распределения ближайших соседей, при этом отсутствует строгая периодическая фиксация всех соседей. В случае если установлен закон распределения для ближайших соседей, из этого закона можно вывести всю функцию распределения.

Ближний порядок может быть описан на основе паракристаллической модели [7]. Обобщенная корреляционная функция представляется в виде свертки функции пространственного распределения квантовых точек  $W(\rho)$  и их собственной корреляционной функции (СКФ)  $g(\rho)$ :

$$G(\rho) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho' W(\rho') g(\rho' + \rho) \quad (3)$$

С учетом (3) корреляционный объем (2) записывается в виде произведения  $T(\mathbf{q}) = \tau(\mathbf{q}) F(\mathbf{q})$ , где

$$\tau(\mathbf{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho g(\rho) \exp(i\mathbf{q}\rho) \quad (4)$$

- корреляционный объем КТ определенной формы и

$$F(\mathbf{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho W(\rho) \exp(i\mathbf{q}\rho) \quad (5)$$

- интерференционный структурный фактор, описывающий пространственный порядок в расположении КТ. В рассматриваемых нами сверхрешетках расположение квантовых точек в вертикальном направлении имеет дальний порядок, определенный периодическим чередованием слоев. С учетом этого рассмотрим функцию пространственного распределения квантовых точек  $W(\rho)$ .

Эта функция может быть записана в виде произ-

ведения  $W(\rho) = W_L(\rho_x, \rho_y) W_V(\rho_z)$ , где  $W_L(\rho_x, \rho_y)$  описывает латеральное и  $W_V(\rho_z)$  - вертикальное упорядочение КТ. Соответственно интерференционный структурный фактор (5) запишется также в виде произведения  $F(\mathbf{q}) = F_L(q_x, q_y) F_V(q_z)$ , где  $F_L(q_x, q_y)$  - латеральный структурный фактор, аналитическое решение для которого получено в рамках паракристаллической модели [7] и

$$F_V(q_z) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} B_n \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_z \exp(i[q_z - nK_z]\rho_z) \quad (6)$$

- вертикальный структурный фактор. Здесь  $K_z = 2\pi/l_{SL}$  - период модуляции сверхрешетки в обратном пространстве (расстояние между дифракционными сателлитами),  $l_{SL}$  – период СР, Фурье-коэффициенты в (6) находятся вычислением интеграла  $B_n = \frac{1}{l_{SL}} \int_0^{l_{SL}} W_V(\rho_z) \exp(inK_z\rho_z) d\rho_z$ .

Для расчетов корреляционного объема может быть использована модель КТ эллипсоидальной формы [8]. Эта модель описывает не только КТ непосредственно эллипсоидальной формы [9], но и может служить аппроксимацией для КТ разных форм, в частности для часто встречающихся КТ в форме линзы [10].

Разработанный подход использован для определения структурных параметров периодической структуры GaAs(001)-AlGaAs-{InAs QDs-GaAs}<sub>SL</sub> с 20 периодами с InAs квантовыми точками. Когерентное рассеяние на многопериодных структурах вычислено на основе аналитического решения [6] и рекуррентной процедуры для учета дифракции на подложке и буферном слое. Наилучшее согласие расчетов и данных эксперимента получено для толщины слоя InGaAs, содержащего InAs КТ - 5.2 nm, средний состав по In - 11%, толщины промежуточного слоя GaAs - 14.8 nm, рассогласования параметров решетки  $\Delta d = 2.2 \times 10^{-3}$  nm, деформации -  $\Delta d / d_{GaAs} = 0.016$ , статического фактора Дебая-Валлера для слоя InGaAs с КТ -  $f_{QD} = 0.927$ , где  $V_{QD} = 1.6 \times 10^{-6} \mu m^3$  - средний объем остова квантовой точки без учета упругой деформации вокруг нее,  $R = 12.5$  nm – средний латеральный радиус КТ; средняя высота КТ  $l_z = 5$  nm (вертикальный размер);  $c_{QD} = 4.7 \times 10^4 \mu m^{-3}$  - объемная концентрация КТ в InGaAs слое периода СР, что соответствует средней концентрации КТ в слое  $\sim 2.4 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ . Концентрация  $c_{QD}$  вычислена с учетом высоты КТ и среднего расстояния между центрами КТ  $a = 65$  nm. Расчетная величина полного статического фактора Дебая-Валлера для InGaAs слоя оказалась равна  $f = f_{QD} f_s = 0.85$ . Соответствующий этому значению статический фактор Дебая-Валлера, обусловленный упругой деформацией и дефектами вблизи КТ, оказался равен  $f_s = 0.917$ .

Вычисления карт распределения интенсивности рассеяния выполнены для (004)GaAs отраже-

ния  $\sigma$ -поляризованного  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения. Угол Брэгга для выбранного отражения составляет  $33.026$  угл. град., межплоскостное расстояние для GaAs подложки  $d_{004} = 1.1433 \text{ \AA}$  [11].

В расчетной модели пространственно коррелированные квантовые точки в эпитаксиальном слое InGaAs образуют стохастическую квадратную решетку, размытие решетки описывается нормальным (гауссовым) распределением. Расчитана функция распределения квантовых точек  $W(\rho_x)$ , получены значения для среднего расстояния между центрами КТ  $a=65 \text{ nm}$  и дисперсии  $\Delta^a = 0.45a = 29 \text{ nm}$ . Также вычислен соответствующий этой функции интерференционный структурный фактор  $F_L(q_x) = \int F_L(q_x, q_y) dq_y$ .

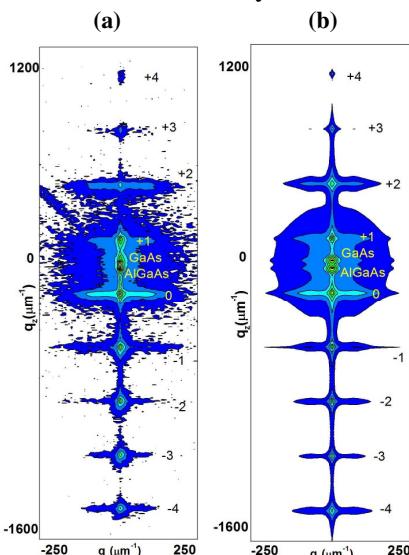


Рис.1. Экспериментальная (а) и расчетная (б) карты углового распределения интенсивности рассеяния от полупроводниковой структуры  $\text{GaAs}(001)\text{-AlGaAs}\text{-}\{\text{InAs QDs-GaAs}\}_{20} \text{ SL}$

Вышеуказанные среднее расстояние между квантовыми точками и его дисперсия были получены путем непосредственного сопоставления расчетных и экспериментальных данных. На рис. 1 представлены экспериментальная и расчетная карты распределения интенсивности рассеяния от 20-ти периодной СР  $\text{GaAs}(001)\text{-Al GaAs}\text{-}\{\text{InAs QDs-GaAs}\}_{20} \text{ SL}$  вблизи узла обратной решетки GaAs (004). При расчете полной интенсивности (когерентной и диффузной составляющих) от подложки и буферного слоя учитывалось диффузное рассеяние от совокупности точечных и протяженных дефектов, описанных корреляционной функцией гауссово типа, при этом статический фактор Дебая-Валлера для подложки и AlGaAs слоя составил  $f_s = 0.95$ . Рис.2 показывает качественное и количественное совпадение экспериментальных и расчетных  $\omega$  кривых для нулевого и первого сверхструктурных пиков 20-ти периодной  $\text{GaAs}(001)\text{-AlGaAs}\text{-}\{\text{InAs QDs-GaAs}\}_{20} \text{ SL}$  структуры. С учетом наличия квантовых точек и диффузного рассеяния на них полученные значения ста-

тического фактора Дебая-Валлера для сверхрешетки и AlGaAs слоя (0.85 и 0.95) и корреляционной длины квантовых точек (140 нм) свидетельствуют о высоком кристаллическом совершенстве исследованной структуры.

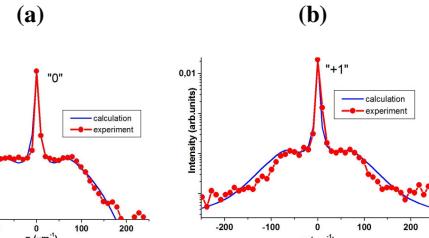


Рис.1. Экспериментальные (точки) и расчетные  $\omega$ -кривые дифракционного отражения для нулевого (а) и +1-го (б) сверхструктурных дифракционных максимумов для 20-ти периодной структуры  $\text{GaAs}(001)\text{-AlGaAs}\text{-}\{\text{InAs QDs-GaAs}\}_{20} \text{ SL}$

Количественно проанализированы периодические структуры (сверхрешетки) с квантовыми точками методом численного моделирования когерентного и диффузного рассеяния рентгеновского излучения. Предложенный расчетный алгоритм позволяет получить хорошее качественное и количественное совпадение экспериментальных и расчетных данных вблизи определенных узлов обратной решетки для дифракционного рассеяния рентгеновского излучения на многослойных периодических структурах с квантовыми точками. Полученные результаты открывают возможности для применения разработанного метода при рентгенодифракционных исследованиях различных наноструктурированных объектов

Автор выражает благодарность Н.Н. Фалееву за предоставление экспериментальной карты интенсивности рассеяния. Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

1. Biasiol G., Heun S., Phys. Reports 500, 117 (2011)
2. Darhuber A.A., Schittenhelm P., Holý V. et al, Phys. Rev. B. 55, 15652 (1997)
3. Faleev N., Pavlov K., Tabuchi M., Takeda Y., Jpn. J. Appl. Phys. 38, 818 (1999)
4. Faleev N.N., et al Semiconductors, 33, 1229 (1999)
5. Punegov V.I., Phys. Solid State 37, 617 (1995);
6. Punegov V.I., Faleev N.N. JETP Letters 92, 437 (2010)
7. Punegov V.I., Tech. Phys. Lett. 37, 696 (2011)
8. Punegov V.I., Sivkov D.V., Klad'ko V.P., Tech. Phys. Lett. 37, 364 (2011)
9. Blokland J.H., et al, Appl. Phys. Lett. 94, 093107 (2009)
10. Walther T., A et al., Phys. Rev. Lett. 86, 2381 (2001)
11. Stepanov S., Forrest R., J. Appl. Cryst. 41, 958 (2008)

# АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

А.Ю. Разумовский\*, М.А. Чернов\*,

А.П. Василенко\*\*, И.Д. Лошкарев\*\*, Е.М. Труханов\*\*

\*) ООО ИТЦ «Радикон», 195112, Санкт-Петербург, Малоохтинский просп, 68

\*\*) Институт Физики Полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, 630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 13

Михаил Чернов: chernov@radicon.spb.ru; Антон Василенко: vap@isp.nsc.ru

Методы рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения являются доступным и высокоэффективным средством изучения структурных характеристик гетероэпитаксиальных полупроводниковых структур [1]. Они реализуются либо на специализированных дифрактометрах, либо на обычных порошковых дифрактометрах, модернизированных как в аппаратной, так и в программной части. Производственная компания ИТЦ «Радикон» [2] с 1991 года разрабатывает и производит специализированные рентгеновские научные приборы и занимается модернизацией устаревших рентгеновских дифрактометров. Дифрактометры высокого разрешения и комплектующие к ним изготавливались по заказам зарубежных университетов и компаний (1997, 1999, 2001, 2003, 2005 гг.), а также по заказам российских организаций (2007, 2012 гг.).

На Втором международном научном семинаре [3, 4] в Великом Новгороде были представлены доклады с характеристиками двухкристального дифрактометра ДСО-1Т, изготовленного по заказу Института Физики Полупроводников СО РАН и с первыми результатами исследований, проведённых на нём.

Отличительными особенностями рентгенооптической схемы дифрактометра ДСО-1Т (рис.1) являются большой диапазон углов дифракции узла монохроматора ( $\vartheta_{\text{mon}}=0 \dots 62.5^\circ$ ) и возможность удаления детектора от образца на расстояние от 100 до 300 мм.

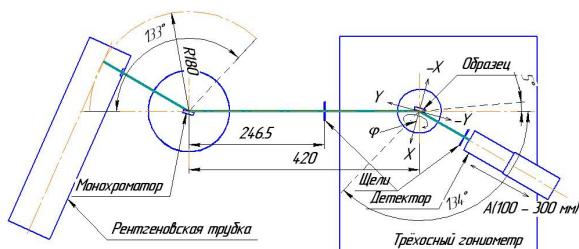


Рис.1 Рентгенооптическая схема автоматического двухкристального дифрактометра ДСО-1Т.

Последнее позволяет использовать детектор с узкой щелью в качестве анализатора дифрагированного пучка от образца при различных углах отклонения его от точного брэгговского положения. По существу, данный дифрактометр позволяет картировать узлы обратной решётки в обратном пространстве, что обычно реализуется на трёхкристальных дифрактометрах.

Информация о результатах исследований многослойных гетероструктур, проведённых на дифрактометре ДСО-1Т, представлена в тезисах доклада И.Д.Лошкарева (см. данный сборник). В качестве примера возможностей дифрактометра ДСО-1Т, на рис.2 представлены карты обратного пространства узла Si(004) образца GaAs/GaP/Si.

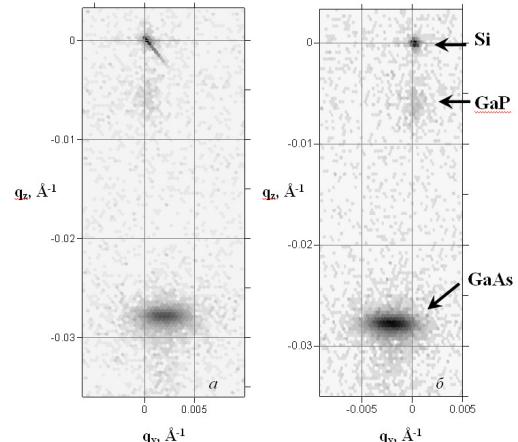


Рис.2. Карты обратного пространства вокруг узла Si(004), снятые при факторе асимметрии  $b=0.82$  (а) и при факторе асимметрии  $b=1.23$  (б). Отклонение подложки от сингулярной грани (001):  $\phi = 4^\circ$  в направлении [110]. Фактор асимметрии:  $b = \gamma_0/\gamma_h$ .

Ось абсцисс представляет шкалу отклонений образца от точного брэгговского положения. Ось ординат представляет шкалу связанных сканирования ( $\omega/2\vartheta$ ) образца и детектора со щелью 0.05 мм. Интенсивность представлена пикселями в градациях серого. Измерения проводились в излучении  $\text{CuK}\alpha_1$  с монохроматором Ge(004). Щель перед детектором располагалась на расстоянии 200 мм от образца, что определяло её угловую апертуру как 50 угл. сек. Такая конфигурация даёт оптимальное разрешение и приемлемое время накопления сигнала.

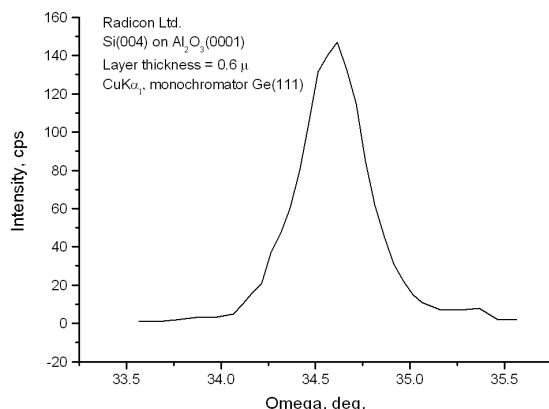
Существенным развитием аппаратного обеспечения рентгеновской

дифрактометрии высокого разрешения явилась разработка двухкристальной приставки ПДП (2012 г.) к рентгеновскому дифрактометру ДРОН-3 для контроля качества эпитаксиальных структур в виде пластин диаметром от 30 до 200 мм. Данная приставка (рис.3), разработки ИТЦ «Радикон», имеет пять степеней свободы: XYZ,  $\varphi$  (азимутальное вращение) и  $\psi$  (наклон). Все приводы автоматизированы шаговыми двигателями.



**Рис.3.** Двухкристальная приставка ПДП к рентгеновскому дифрактометру ДРОН-3.

В сочетании с разделёнными приводами модернизированного гoniометра ГУР-8 и сцинтилляционным детектором SCSD-4.01, а также за счёт гибкого программного обеспечения RDPW, обновлённый дифрактометр позволяет автоматически картировать пластины параметрами двухкристальных кривых дифракционного отражения (КДО). Дискретность отсчёта брэгговского угла определяется редуктором и параметрами угловых датчиков на осях червяков приводов  $\varphi$  и  $2\varphi$  гoniометра. Двухкоординатная карта автоматической съёмки задаётся либо вручную, либо автоматически по диаметру анализируемой области и числу анализируемых участков. Первое применение приставка ПДП нашла для контроля эпитаксиальных структур кремния на сапфире. Типичная КДО представлена на рис.4.

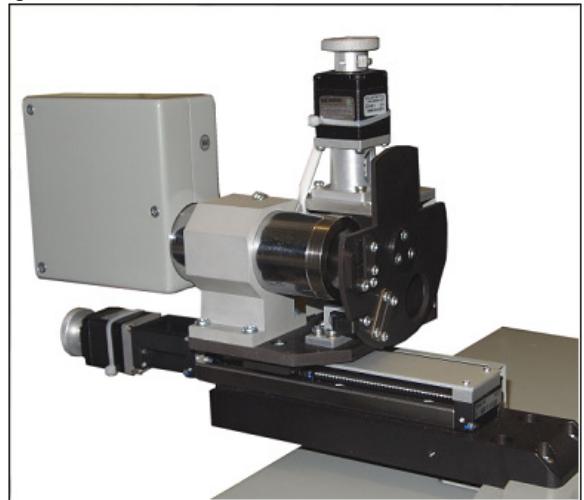


**Рис.4.** Кривая дифракционного отражения от эпитаксиального слоя Si на сапфире.

Для каждой КДО при картировании определяются такие параметры, как полуширина, максимальная интенсивность, фон, коэффициент отражения в максимуме, интегральное отражение, брэгговский

угол, индекс асимметрии. Перед этим КДО подвергается процедуре сглаживания. Каждая кривая качания имеет своё имя, связанное с координатами участка, а все результаты по одному образцу автоматически сводятся в общую таблицу.

В приставке ПДП расстояние от образца до входной щели перед детектором варьируется вручную, как и в дифрактометре ДСО-1Т. В новом специализированном дифрактометре ДСО-2-01 фирмы ИТЦ «Радикон» детектор установлен на моторизованную каретку, позволяющую автоматически перемещать его на любую позицию в пределах 100 мм (рис.5).



**Рис.5.** Моторизованный линейный столик детектора с моторизованным сменщиком щелей в дифрактометре ДСО-2-01.

Конструкция детекторного модуля включает также моторизованный сменщик щелей. В сочетании с гoniометрической приставкой образца, приводы которой оснащены шаговыми двигателями (рис.6), реализуется возможность автоматического определения ориентации кристаллов и прецизионного измерения параметров их решётки. Такого рода задача весьма важна для производств, использующих кристаллические датчики максимальной температуры (ИМТК) из облучённых нейтронами субмиллиметровых образцов кубического карбида кремния или алмаза [5].

Традиционно параметр решётки определяется путём измерения двойного брэгговского угла определённого отражения с отсчётом по шкале детектора. При этом следует учитывать систематические погрешности, вызванные эксцентриситетом образца и рядом других факторов. Использование внешнего эталона для калибровки дифрактометра не полностью исключает ошибки установки образца размером около 0.3 мм.



**Рис.6.** Гониометрическая приставка с двумя шаговыми двигателями для гониометра ГУР-8(9).

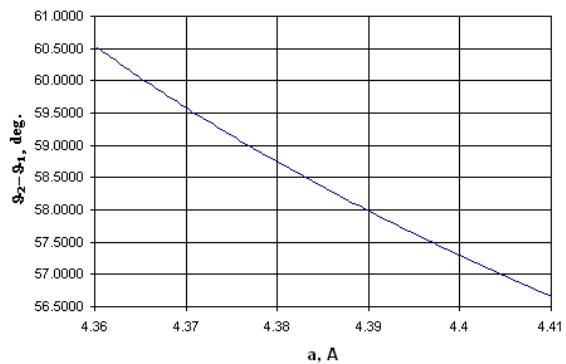
Повысить точность измерений на кристаллах кубической сингонии можно путём съёмки двухкристальных КДО двух отражений: на малом и большом брэгговских углах. Для расчёта параметра решётки потребуется разница угловых положений образца независимо от точности положения детектора. В этом отношении данный метод напоминает метод Бонда [6]. Если монохроматор обеспечивает бездисперсионную схему на малом угле дифракции, то точность определения угла  $\vartheta_1$  существенно возрастает по сравнению с однокристальным методом. Дисперсия для второго отражения скажется не сильно, если угол  $\vartheta_2$  находится в районе 70 - 80°. Уравнение связи разности брэгговских углов с параметром решётки  $a$  для одной длины волн  $\lambda$  имеет вид:

$$\vartheta_2 - \vartheta_1 = \arcsin \frac{\lambda \sqrt{m_2}}{2a} - \arcsin \frac{\lambda \sqrt{m_1}}{2a}$$

$$m = h^2 + k^2 + l^2$$

Определение параметра решётки по экспериментальному значению разности углов  $\vartheta_2 - \vartheta_1$  осуществляется численным методом или по графику, представленному на рис.7.

3C-SiC Fe K $\alpha_1$



Ри

**с.7.** Расчётная зависимость разности угловых положений образца для отражений 420 ( $\vartheta \approx 83^\circ$ ) и 111 ( $\vartheta \approx 22.61^\circ$ ) кубического карбида кремния в излучении FeK $\alpha_1$ .

Данный метод применим и для кристаллов некубических сингоний, если использовать систему уравнений для трёх и более отражений.

Точность измерений углов в данном методе определяется точностными характеристиками

привода образца. Она может быть повышена установкой прецизионного углового датчика непосредственно на ось столика образца.

Весьма существенным фактором, влияющим на эффективность научных исследований, проводимых на дифрактометрах высокого разрешения, является программное обеспечение. Дифрактометры ИТЦ «Радикон» комплектуются программным пакетом RDPW, включающим встроенный редактор макросов. Данный редактор использует встроенный язык RDPL, очень простой в освоении.

Квалифицированный пользователь имеет возможность редактировать прилагаемые макросы и писать собственные, обеспечивающие любой алгоритм сбора и обработки данных, а также юстировки дифрактометра и настройки образца перед съёмкой. В последние годы ИТЦ «Радикон» комплектует блоки управления модулями сдвоенных счётчиков-таймеров, которые обеспечивают режим непрерывной регистрации дифракционного спектра. В тех случаях, когда привод оснащён угловым датчиком, это позволяет существенно ускорить процесс регистрации КДО или дифрактограммы.

[1] Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. СПб.: Наука, 2002, 274с.

[2] [www.radicon.spb.ru](http://www.radicon.spb.ru)

[3] Василенко А.П., Лошкарёв И.Д., Разумовский А.Ю., Труханов Е.М., Чернов М.А.. Автоматический двухкристальный рентгеновский дифрактометр ДСО-1Т. //Материалы второй международной молодёжной научной школы-семинара «Современные методы анализа дифракционных данных». Великий Новгород, с.76-78 (2008)

[4] Лошкарёв И.Д. Василенко А.П., Труханов Е.М. Разработка программного обеспечения автоматизированной системы управления рентгеновским трёхосевым дифрактометром. // Материалы второй международной молодёжной научной школы-семинара «Современные методы анализа дифракционных данных». Великий Новгород, с.113-114 (2008)

[5] Nikolaenko V.A., Morozov V.A., Kasianov N.I. //Rev. Int. Htes Temp. et Refract., 13, pp.17-20 (1976)

[6] Bond W.L. Acta crystallogr., 13, 814 (1960)

## Численное моделирование дифракции рентгеновских лучей на массиве квантовых точек заданной формы

Д.В. Сивков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Коми научный центр УрО РАН, 167982, г. Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 24  
[danjorno@yandex.ru](mailto:danjorno@yandex.ru)

В настоящее время в наноэлектронике, области физики, имеющей дело с феноменами, происходящими в диапазоне сравнимом с размерами атома, наблюдается стремительный прогресс полупроводниковых технологий. Методики выращивания наноразмерных структур стремительно совершенствуются и фактически позволяют производить операции с отдельными атомами и создавать приборы с уникальными свойствами, поэтому разработка и развитие информативных методов тестирования и контроля формирования наноразмерных структур является актуальной задачей.

Сложность изучения объектов такого рода заключается в малых размерах их структурных элементов, и как следствие спецификой физических и химических свойств, неоднородностью гетерограниц, присутствием разупорядоченных и аморфных составляющих. При этом первостепенное значение играет возможность неразрушающего контроля качества изготовления и получения достоверной и максимально точной информации об их атомно-кристаллической структуре, форме, плотности, состояния интерфейса и распределении деформаций в веществе матрицы.

Мощным и эффективным методом исследования наноразмерных кристаллических структур является метод высокоразрешающей рентгеновской и синхротронной дифрактометрии [1-4]. Его отличительной особенностью является экспрессность измерений, отсутствие необходимости специальной подготовки образца, высокая прецизионность в определении параметров кристаллической структуры и чувствительность к наличию различного рода структурных искажений, в том числе малых.

Среди подобных объектов упорядоченные массивы квантовых точек (КТ), сформированные в объеме кристалла, привлекают особое внимание и имеют широкие перспективы применения в нанооптике и наноэлектронике [5,6]. При этом механические напряжения и дефекты в полупроводниковыхnanoструктурах оказывают определяющее влияние на их уникальные свойства и тесно связаны со структурой одиночных КТ и степенью упорядоченности их массивов. Вследствие этого, получение упорядоченных ансамблей КТ требует разработки методов расчета полей деформации таких структур,

теоретического анализа механизмов их самоорганизации, а так же построения моделей дефектов.

Настоящая работа посвящена развитию теории дифракции рентгеновских лучей на массиве КТ, имеющих различную форму и параметры расположения в матрице образца.

Рассмотрим поле деформации возникающее в кристаллической среде содержащей включение произвольной формы. Следуя работе [7] вектор упругих смещений в точке  $\mathbf{r}$  может быть записан в виде

$$\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = \Lambda \int_V \frac{\mathbf{r} - \mathbf{r}'}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|^3} d\mathbf{r}', \quad (1)$$

где  $\Lambda = \varepsilon_0(1+\nu)/[4\pi(1-\nu)]$ ,  $\varepsilon_0 = (a_{QD} - a_M)/a_M$  – рассогласование решеток включения  $a_{QD}$  и матрицы  $a_M$ ,  $\nu$  – коэффициент Пуассона,  $V$  – объем включения. Введя понятие потенциала однородного включения [8]

$$\varphi(\mathbf{r}) = \Lambda \int_V \frac{d\mathbf{r}'}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} \quad (2)$$

и воспользовавшись методом разложения по мультипольям приведем потенциал (2) к виду

$$\varphi(\mathbf{r}) = \varphi_0(\mathbf{r}) + \varphi_1(\mathbf{r}) + \varphi_2(\mathbf{r}) + \dots \varphi_n(\mathbf{r}) \dots, \quad (4)$$

Согласно (1) и (2), поле атомных смещений от КТ определяется градиентом потенциала  $\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = -\nabla\varphi(\mathbf{r})$ , следовательно, оно также может быть записано в виде ряда

$$\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = \delta\mathbf{u}_0(\mathbf{r}) + \delta\mathbf{u}_1(\mathbf{r}) + \delta\mathbf{u}_2(\mathbf{r}) + \dots \delta\mathbf{u}_n(\mathbf{r}), \quad (5)$$

где  $\delta\mathbf{u}_n(\mathbf{r}) = \Lambda(n+1) \frac{\mathbf{r} P_n(\cos(\gamma))}{r^{n+3}} \Omega_n$ .

В рамках данного подхода получено решение для модели КТ в форме эллипсоида вращения. Поле смещения было рассчитано с точностью до члена разложения с номером  $n=6$ .

Тем не менее, с ростом  $n$  величина  $\delta\mathbf{u}_n$  быстро

спадает (поскольку обратно пропорциональна  $r^n$ ). Однако слагаемые с большими  $n$  оказывают

сильное влияние на вид кривой смещения в узкой области вблизи границы КТ. Так же нужно отметить, что чем меньше отличается форма эллипсоида от сферической, тем слабее

влияние компонент  $\delta u_n$  с большими  $n$  на общий

вид  $\delta u$ .

Полученные результаты показывают, что при отношении латерального радиуса к высоте

эллипсоидальной КТ  $R/H = 1/2$  карта

распределения интенсивности диффузного

рассеяния в обратном пространстве  $I(q_x, q_z)$

очень слабо зависит от наличия слагаемых с

$n > 4$ .

Разложение компоненты тензора деформации от массива КТ  $e_{rr}$  (описывает линейное изменение деформации для выделенного направления  $r$ ) будет иметь вид [9]

$$e_{rr}(\mathbf{r}) = \frac{1}{d_1 d_2 d_3} \sum_{n_1, n_2, n_3} \tilde{e}_{rr}^s(\xi_n) e^{i \xi_n \cdot r}, \quad (6)$$

где  $d_1, d_2, d_3$  – периоды расположения КТ для соответствующих направлений. Фурье преобразование компоненты тензора деформации отдельной КТ  $\tilde{e}_{rr}^s$  внутри кубического кристалла имеет вид

$$\tilde{e}_{rr}^s(\mathbf{q}) = E_0 \tilde{\chi}_{QD}(\mathbf{q}) \times \quad (7)$$

$$\left\{ 1 - \frac{(C_{11} + 2C_{12})(C_{44}\xi^2 / \xi_r^2 + C_{an})}{1 + C_{44}(C_{12} + C_{44}) \sum_{p=1}^3 \frac{\xi_p^2}{C_{44}\xi^2 + C_{an}\xi_p^2}} \right\}$$

Здесь  $C_{11}, C_{12}, C_{44}$  – упругие константы;  $C_{an} = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$  описывает анизотропную часть тензора;  $E_0 = (a_m - a_{QD})/a_{QD}$  – деформация несоответствия;

$$\tilde{\chi}_{QD}(\mathbf{q}) = \int_{QD} e^{i \xi \cdot \mathbf{r}} d\mathbf{r} \quad (8)$$

– Фурье преобразование характеристической функции КТ. Аналитические решения этой функции имеются для КТ практически любой достаточно сложной геометрической формы.

Выражения для проекции смещения на выделенное направление за пределом КТ можно записать в виде:

$$u_r(\mathbf{r}) = \frac{1}{d_1 d_2 d_3} \sum_{n_1, n_2, n_3} \tilde{e}_{rr}^s(\xi_n) \frac{e^{i \xi_n \cdot \mathbf{r}}}{(\xi_n)_r} + \quad (9)$$

где  $u_{r0}$  – начальное смещение на границе КТ.

Амплитуда рассеяния на деформациях за пределом КТ, зависящая от смещения  $\mathbf{U}$ , в общем виде может быть представлена как

$$D(\mathbf{q}) - D_{SW}(\mathbf{q}) = \quad (10)$$

$$-i2\pi \frac{\hbar \mathbf{q}}{q} \int_0^{\pi/2} d\theta \sin \theta \cdot \cos \theta \int_{r_0(\theta)}^{\infty} dr r^2 u_r(r, \theta) \cdot e^{iqr}$$

где  $r_0(\theta)$  – расстояние от центра КТ до ее границы в плоскости перпендикулярной  $(x, y)$ , для расчета КТ определенной геометрической формы данное выражение может быть упрощено с учетом ее степени симметрии.

Аналитическое решение для амплитуды диффузного рассеяния имеет вид

$$D(\mathbf{q}) = D_{SW}(\mathbf{q}) + D_H(\mathbf{q}) + D_Q(\mathbf{q}) + D_M(\mathbf{q}). \quad (11)$$

В (11)  $D_{SW}(\mathbf{q})$  – амплитуда рассеяния для эллипсоидальных включений без учета деформаций вне КТ (амплитуда рассеяния Стокса-Вильсона),  $D_H(\mathbf{q})$  – амплитуда хуанговского рассеяния,  $D_Q(\mathbf{q})$  и далее – поправки к амплитуде за счет учета квадрупольного и последующих членов разложения амплитуды диффузного рассеяния.

Решение для амплитуды рассеяния Стокса-Вильсона для включения определенной формы  $D_{SW}(\mathbf{q})$  имеет вид Фурье преобразования характеристической функции КТ (эквивалентно (8)).

Следующие за  $D_{SW}(\mathbf{q})$  слагаемые в (11) имеют свое аналитическое представление вида (см. [9]):

$$D_i(\mathbf{q}) = C_i \hbar \mathbf{q} \int_{-1}^1 dx f_1(x) e^{f_2(q, x)}, \quad (12)$$

где  $C_i$  – константа, а  $f_1(x)$  и  $f_2(q, x)$  – некоторые функции.

При сопоставлении аналитического подхода с предложенными выше численными расчетами для КТ в форме эллипсоида вращения, было обнаружено, что величина  $u_{r0}$  в (9) может быть найдена из условия  $u_r(R_0(\theta)) = 0$ . Здесь  $R_0(\theta)$  определяется границами прямоугольного параллелепипеда описанного вокруг КТ, центр которого совпадает с центром КТ с длинами сторон равными расстоянию между соседними КТ в соответствующем направлении. Данное условие является физически обоснованным.

На основе уравнений (7), (9) и (10) проведено численное моделирование распределения интенсивности диффузного рассеяния от периодического массива КТ в форме эллипсоида, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды в кристалле GaAs. Для анализа численных расчетов

использовано аналитическое представление интенсивности диффузного рассеяния от КТ в форме эллипсоида, в основе которого лежит вычисление смещения деформации КТ в виде разложения по мультиполям (5). С этой целью проведено сравнение рассчитанных данных для массива КТ с данными полученными аналитически для отдельной КТ. Построены карты распределения интенсивности в обратном пространстве диффузного рассеяния от периодического массива КТ различной геометрической формы, располагающегося в кубическом кристалле.

Помимо деформации структуры кристалла вызванной наведенными упругими деформа-

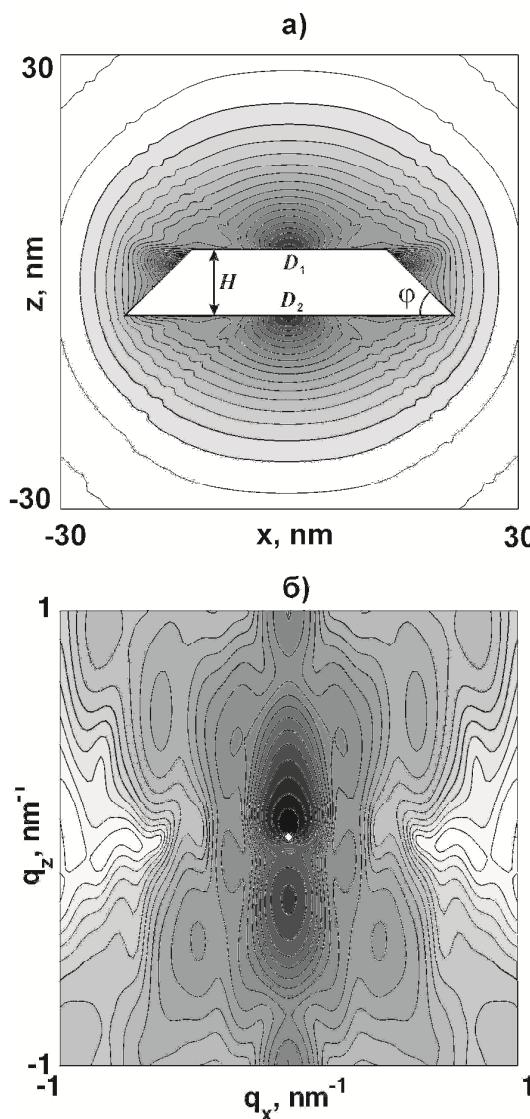


Рис. 1

- а) Карта распределения поля смещения в матрице GaAs от квантовой точки (КТ) имеющей форму усеченного конуса, рассчитанная для массива КТ. Расстояние между точками  $d = 400$  нм; параметры точки  $H=8.7$  нм,  $D_1=2.6$  нм,  $D_2=4.3$  нм,  $\phi=45^\circ$ .  
 б) Карта распределения интенсивности диффузного рассеяния от массива КТ в форме усеченного цилиндра (а) в среде GaAs вблизи узла обратной решетки (004).

циями вблизи КТ, взаимное расположение КТ также оказывает влияние на угловое распределение диффузного рассеяния. Для его учета воспользуемся паракристаллической моделью распределения квантовых точек [10].

В основе этой модели лежит общее решение для когерентного рассеяния в кинематическом приближении [8], которое рассматривается для малого объема засвеченного пучком кристаллического слоя  $V_0$ , достаточного для того что бы пренебречь зависимостью от  $r$ .

В рамках данной модели выражение для интенсивности диффузного рассеяния будет иметь вид

$$I_h(q_x, q_z) = I(q_x, q_z) \cdot \int_{-\infty}^{\infty} dq_y F(q_x, q_z), \quad (13)$$

где  $F(q_x, q_z)$  – интерференционный структурный фактор, описывающий порядок в расположении КТ, представляющий собой Фурье преобразование от свертки функций пространственного распределения КТ  $W^{a,b}(\rho_x, \rho_y)$  для двух характерных направлений расположения КТ в латеральной плоскости  $(x,y)$ , которые определяются базисными векторами  $a$  и  $b$ . Функция пространственного распределения КТ описывает ближний структурный порядок при отсутствии дальнего порядка.

$$W^{a,b}(\rho_x, \rho_y) = \delta(\rho_x, \rho_y) + \quad (14)$$

$$\sum_{m=1}^{N_a} \frac{(N_{a,b} - m)}{N_{a,b}} (H_m^{a,b}(\rho_x, \rho_y) + H_{-m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y))$$

,

где  $H_{\pm m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y) = H_{\pm 1}^{a,b}(\rho_x, \rho_y)^{\otimes m}$  – распределение  $m$ -х соседей, представляет собой свертку  $m$  функций расположения первых соседей, в качестве которой выбрана функция нормального распределения от двух независимых переменных  $\rho_x$  и  $\rho_y$ . Нижний индекс  $H_{\pm m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y)$  указывает положительное или отрицательное направление от центра координат (значения которые принимают  $\rho_x$  и  $\rho_y$ ).

В рамках развитой модели проведено численное моделирование углового распределения диффузного рассеяния от системы с КТ в форме эллипса, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды с учетом их пространственной корреляции. Полученные данные согласуются с экспериментальными результатами.

Работа была выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-02-00088-а и Президиума КНЦ УрО РАН – 12-У-1-1010.

[1] Springholz, G., Holy, V., Lateral Alignment of Epitaxial Quantum Dots, Springer, Berlin, 2007. P. 247-303.

[2] Фалеев, Н.Н., Павлов, К.М., Пунегов, В.И., Егоров, А.Ю., Жуков, А.Е., Ковш, А.Р.,

Михрин, С.С., Устинов, В.М., Tabuchi, M., Takeda, Y., Физика и техника полупроводников, **33**, 1359 (1999).

[3] Пунегов, В.И., Письма в ЖТФ., **34**, 8 (2008).

[4] Пунегов, В.И., Фалеев Н.Н., Письма в ЖЭТФ, **92**, 483 (2010).

[5] Gupta, N.. Alapatt, G. F, Podila, F., Singh, R. and Poole, K.F., International Journal of Photoenergy, **2009**, 13 (2009).

[6] Marent A., Nowozin, T., Geller, M. and Bimberg, D. Semiconductor Science and Technology, **26(1)**, 014026 (2011).

[7] Пунегов, В.И., Сивков Д.В., Кладъко В.П., Письма в ЖТФ, **37**, (2011).

[8] Nenashev, A.V., J. Appl. Phys., **107**, 064322 (2010).

[9] Пунегов, В.И.// Кристаллография, **54**, 423 (2009).

[10] Пунегов В.И., Письма в ЖТФ, **37(15)**, 8 (2011).

[11] Nesterets, Ya.I., Punegov, V.I., Acta Cryst. A, **56**, 540 (2000).

# О возможности получения количественных характеристик дефектов из проекционных рентгеновских топограмм

Э.В.Суворов, И.А.Смирнова

Институт физики твердого тела РАН,  
ул. Академика Осипьяна д.1, Черноголовка, 142432  
e-mail: [suvorov@issp.ac.ru](mailto:suvorov@issp.ac.ru)

В данной работе предлагаются методики получения количественной информации о параметрах дефектов, наблюдаемых на проекционных топограммах, и получения основных параметров дефектов по характеристикам дифракционного изображения, регистрируемого на проекционных топограммах (величина и характер поля смещений, глубина залегания дефектов под входной поверхностью кристалла, пространственная ориентация и пр. параметры). На примере прямолинейных дислокаций, введенных в монокристалл кремния при пластическом изгибе, показана возможность такого анализа дифракционных изображений на проекционных топограммах, позволяющая получать основные характеристики дефектов.

**Введение.** В практике прикладных лабораторий для изучения реальной структуры кристаллов в основном применяются методы проекционной топографии и в первую очередь разнообразные вариации метода Ланга (со сканированием) и схемы съемки в широком пучке. Например, электронная промышленность использует сейчас кристаллы больших диаметров 150, 200, 400 мм и более. Эти кристаллы широко применяются в микроэлектронике и солнечной энергетике. От структурного совершенства этих кристаллов зависит качество, надежность и долговечность микросхем, приборов солнечной энергетики, созданных на их основе. Поэтому возникает реальная потребность в диагностике реальной структуры пластин кремния большого диаметра. Для получения топограмм кристаллов таких больших площадей наиболее подходящими являются различные варианты метода Ланга со сканированием и проекционные топограммы, получаемые в широком пучке. На сегодняшний день проекционные топограммы таких кристаллов позволяют в основном получать только топографическую информацию об их реальной структуре (точнее говоря, обзорную картину расположения дефектов в объекте). По литературе нам известна только одна работа [1], в которой сделана попытка промоделировать изображение краевой дислокации на топограмме со сканированием. Результатов, которые позволили бы проводить количественный анализ изображения, в этой работе, к сожалению, нет.

Однако к настоящему моменту в рентгеновской дифракционной топографии ситуация сложилась так, что количественные характеристики реальной структуры кристаллов удается извлекать лишь из секционных топограмм. Именно в этом

направлении, т.е. в изучении механизмов образования дифракционного контраста в секционной топографии, достигнуты наибольшие успехи за последние годы [2-8]. Связано это в первую очередь с тем, что рентгеновская секционная топография - это наиболее физически понятный случай для моделирования изображения дефектов и анализа механизмов формирования изображения.

Поэтому в предлагаемой работе делается попытка проанализировать возможности получения количественной информации о параметрах дефектов, наблюдаемых на проекционных топограммах, и разработать методики получения основных параметров дефектов по характеристикам дифракционного изображения, регистрируемого на проекционных топограммах (величина и характер поля смещений, глубина залегания дефектов под входной поверхностью кристалла, пространственная ориентация и пр. параметры).

**Методика эксперимента.** Удобнее всего эксперименты проводить на прямолинейных единичных дислокациях известной природы, на кристаллах с небольшим коэффициентом поглощения. Для этой цели очень подходят монокристаллы кремния. Здесь необходимо вспомнить кристаллографию решетки алмаза и геометрию наиболее легких плоскостей скольжения в этой решетке. Для получения образцов с заданной дислокационной структурой наиболее перспективны монокристаллы с высокими барьерами Пайерлса, которые определяют стремление дислокации располагаться вдоль канавок потенциального рельефа. К такому классу материалов относится кремний, который в настоящее время может быть получен с максимальной степенью чистоты и совершенства.

Все представленные в работе исследования проведены на образцах, вырезанных из монокристаллических слитков кремния *n*- и *p*-типов проводимости ( $\rho \approx 10 \div 100 \text{ ом/см}$ ), выращенных по методу Чохральского в направлении [111]. Образцы после механической обработки и химической полировки имели форму призм с ориентацией поверхностей (111), (112) и

(110).

Для введения в кристалл желаемого типа дислокаций применялась методика, описанная в [9-10]. Исходные бездислокационные образцы подвергались четырехпорному изгибу вокруг оси [112]. Источниками дислокаций служила либо царапина, специально нанесенная алмазным индентором вдоль длинного ребра призмы, либо (при больших нагрузках) внутренние концентраторы напряжений. Условия деформации: способ нанесения царапины, постоянная нагрузка на образец 2-10 кГ/мм<sup>2</sup>, температура 500-600°C и время деформирования - подбирались таким образом, чтобы в кристалле возникали преимущественно единичные дислокационные полупетли. Размер полупетель и глубину залегания дислокаций можно оценить, зная динамические характеристики дислокации в используемых кристаллах [9].

У кристаллов со структурой типа алмаза плоскостями наиболее легкого скольжения являются плоскости типа {111}, которые образуют тетраэдр, получивший в литературе название тетраэдра Томпсона. В условиях описанной методики деформирования дислокации в каждой из плоскостей скольжения стремятся располагаться вдоль плотноупакованных направлений <110>. Вектор Бюргерса простых дислокаций в решетке алмаза также направлен по <110>. Для описанной выше ориентировки (рис.2) плоскостями скольжения будут две боковые грани тетраэдра (111) и (111). В каждой из плоскостей скольжения зарождаются полупетли, состоящие из трех участков, расположенных вдоль направлений <110>. В плоскости скольжения (111) они могут иметь вектор Бюргерса, направленный вдоль [011] и [101]. В этой геометрии участок полупетли, параллельной поверхности, может иметь винтовую или 60-градусную ориентацию.

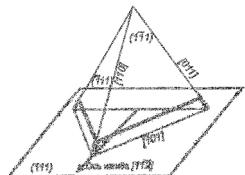


Рис.1 Тетраэдр Томпсона, иллюстрирующий механизм образования и перемещения дислокаций в монокристалле кремния при приложении нагрузки. Плоскости (111) и (111) являются плоскостями наиболее легкого скольжения.

После снятия нагрузки призмы охлаждались до комнатной температуры и утончались механической и химической полировкой поверхностей кристалла. Далее вырезались фрагменты кристалла с необходимой для эксперимента ориентацией и длиной прямолинейного участка дислокаций. Образцы имели форму прямоугольных призм.

Использовалось излучение MoK<sub>α1</sub> на микрофокусном источнике D-4C фирмы Rigaku Denky. Размер фокуса составлял 30x30 мкм<sup>2</sup>. Проекционные топограммы снимались на спектрометре A-4 фирмы Rigaku Denky по методике Ланга. Топограммы регистрировались на фотопластинки типа MP или MK с разрешением 250-400 линий/мм.

**Результаты и обсуждение.** Рассмотрим в качестве примера образцы монокристаллов кремния с прямолинейными дислокациями, полученными по описанной выше методике. На рис.1а показан фрагмент проекционной топограммы такого образца.

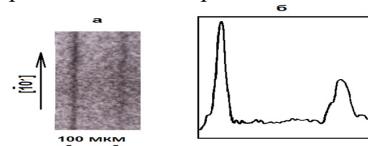
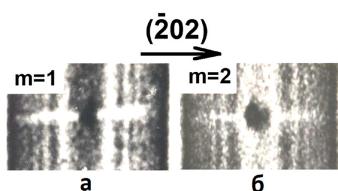


Рис.2 а) – Проекционные изображения прямолинейных дислокаций в монокристалле кремния. Кристалл представляет собой призму с гранями (111), (112) и (110). Грань (111) – это поверхность входа рентгеновского излучения. Дислокации параллельны этой поверхности. Толщина кристалла - 0,75мм, отражение от плоскостей типа (202), излучение MoK<sub>α</sub>. Дислокации располагаются вдоль вектора обратной решетки (вектора дифракции) Н[202]. б) - Фотометрическая кривая с максимумами, соответствующими изображениям дислокаций на топограмме. Фотометрирование проводилось перпендикулярно линиям дислокаций.

Анализ приведенных выше сведений позволяет утверждать, что дислокации на проекционной топограмме (рис.2а) могут быть только винтовыми, так как только для винтовых дислокаций, ориентированных вдоль вектора дифракции, будут присутствовать искажения отражающих плоскостей вдоль вектора отражения. Однако на топограмме (рис.2а) наблюдаются две разных по яркости контраста дислокации. Это особенно хорошо просматривается на записи профилей изображений дислокаций (рис.2б). Связано это с тем, что, согласно рассуждений, приведенных выше, для данных дислокаций возможно два направления вектора Бюргерса [101] и [011]. Если дислокации, расположенные в плоскости скольжения (111) и ориентированные вдоль направления [101], имеют вектор Бюргерса [101] - это чисто винтовые дислокации.



**Рис.3** Секционные топограммы 60-градусной (а) и винтовой дислокаций (б). Стрелка показывает направление вектора дифракции. Дифракционная мощность дефекта  $m=(\mathbf{H}\mathbf{b})$  приведена в верхнем левом углу топограмм.

Возможен также и другой тип дислокаций с вектором Бюргерса  $[011]$  (см. рис. 1). Это 60-градусные дислокации. Дифракционное изображение краевой компоненты дислокации в отражении  $(\bar{2}02)$  будет полностью погашено, т.к. искажения отражающих плоскостей (локальные разориентации отражающих плоскостей и дилатации) в направлении вектора дифракции будут отсутствовать. С другой стороны, винтовая компонента для такой дислокации будет иметь вектор Бюргерса, равный  $0,5\mathbf{b}$ . Поэтому величина ее интегрального изображения будет вдвое слабее. Это и наблюдается на проекционной топограмме и фотометрической кривой на рис.2.

На рис.3 приведены соответствующие секционные топограммы винтовой и 60-градусной дислокаций, показанных на рис.1а. Изображения дислокаций на проекционных топограммах образуются при сканировании секционных изображений вдоль вектора дифракции. Естественно, что чем ярче прямое изображение и чем больше геометрические его размеры (яркое пятно в центре секционных топограмм) на секционной топограмме, тем больше будет яркость и ширина изображения дислокации на проекционной топограмме.

Интегральные параметры пиков фотометрической записи, приведенной на рис.1б, подтверждают эти соображения. Интегральная яркость изображения дислокаций будет определяться с одной стороны шириной угловой области локальных разориентаций кристалла в упругом поле дислокации, где решетка выходит из отражающего положения, а с другой – размерами источника рентгеновского излучения, расстояниями источник - образец, образец - плоскость регистрации, т.е. геометрией съемки. Область локальных разориентаций решетки вблизи оси дислокации определяется выражением

$$\beta(y, z) = \frac{(\mathbf{H}\mathbf{b}_x)}{2\pi} \cdot \frac{\operatorname{ctg}\theta \cdot y}{y^2 + \operatorname{ctg}\theta \cdot z^2}$$

Система координат здесь связана с ориентацией дислокации: так как это особое положение - ось X направлена вдоль линии дислокации, ось Y лежит в плоскости дифракции и направлена в противоположную сторону вектора дифракции  $\mathbf{H}$ , ось Z также лежит в плоскости дифракции, но перпендикулярно поверхности кристалла образца (поверхности входа). Область кристаллической

решетки, выходящей за пределы области кривой отражения, будет зависеть от

коэффициента  $m = \frac{(\mathbf{H}\mathbf{b}_x)}{2\pi}$ . Чем больше этот

коэффициент, тем шире область кристаллической решетки, выходящей из отражающего положения. Этот коэффициент получил название дифракционной мощности дефекта [11].

Из сказанного выше становится понятно, что интегральная яркость изображений дислокаций должна быть пропорциональна величине дифракционной мощности дефекта, т.е.  $I_{int}=km=k(\mathbf{H}\mathbf{b})$ . В коэффициент пропорциональности  $k$  будут входить параметры, описывающие геометрию съемки и размеры фокуса рентгеновского источника. При условии получения топограмм на одной установке этот коэффициент пропорциональности всегда можно определить, т.е. прокалибровать геометрию получения проекционных топограмм.

**Заключение.** Мы полагаем, что при определенных условиях анализ изображений на проекционных рентгеновских топограммах позволяет получать важные количественные сведения о параметрах дислокаций. Естественно, при этом приходится привлекать дополнительную информацию об образце, геометрии топографической съемки, параметрах источника рентгеновского излучения.

1. Chukhovskii F.N., Shtolberg A.A.// Phys.stat.sol. 1970.V.41, P.815-825.
2. Authier A. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford: Science Publications. 2001. 734 Р.
3. Tanner B.K., Phil M.A. X-ray Topography. New-Jork: Pergamon Press. 1966. 650 Р.
4. Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М. - Москва: Мир. 1968. 574 с.
5. Суворов Э.В., Шульпина И.Л. // Известия АН, серия физическая, 2010. **74**. 11. с.1547-1556
6. Э.В.Суворов, И.А.Смирнова, Е.В.Шулаков // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. №9. с.1-17
7. Шульпина И.Л., Суворов Э.В. // Известия АН, серия физическая, 2010. т.**74**. №11. с.1547-1556
8. Суворов Э.В., Смирнова И.А.// Письма ЖТФ 2012. т.38. №21. с.70-76
9. Никитенко В.И., Ерофеев В.Н., Надгорная Н.М. Сб. Динамика дислокаций. 1968. 84. С. Физ.-техн. институт низких температур АН УССР. Харьков
10. Ерофеев В.Н., Никитенко В.И., Головинкина В.И., Суворов Э.В.// Кристаллография. 1971. Т.16. №.1. С.190.
11. Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н. //УФН 1972. 107. вып.2. 229-265.

## ЦИФРОВАЯ ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА КАЧЕСТВА ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОЙ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ ПРИРОДЫ

Б.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская, Н.Н. Водолазова

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия

E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

### **Введение и постановка задачи**

Глобальная компьютеризация, выпуск большого количества разнообразной и высококачественной оргтехники (персональных компьютеров, сканеров, цифровых фотоаппаратов и камер, принтеров и ксероксов) делают доступным разработку и внедрение в научно-исследовательский процесс и в производство новых методик контроля качества различных объектов и процессов, основанных на цифровой обработке сигналов и изображений.

В основу цифровых методик, рассматриваемых в работе [1] и данной, лежит регистрация изменений цветовых характеристик исследуемого объекта, обусловленных различными внешними и внутренними факторами.

Цвет относится к важнейшим характеристикам большинства веществ и очень чувствителен к малейшим изменениям физико-химических свойств. Изменение цвета, не видимое визуально глазом человека, может быть легко зарегистрировано техническими средствами. На практике это может быть реализовано следующим образом.

Исследуемое вещество подвергается оцифровке с помощью профессионального планшетного сканера, имеющего высокое разрешение (4800–6400 dpi), динамический диапазон (3,8–4,0 D) и глубину резкости, или с помощью цифрового аппарата (камеры), совмещенного через специальную приставку с оптическим микроскопом. Оцифровка проводится в ручном режиме при строго определенных установках сканера и цифрового аппарата, постоянной и контролируемой освещенности помещения. Питание микроскопа и сканера осуществляется через стабилизированные источники питания.

В зависимости от вида исследуемого вещества и его агрегатного состояния при оцифровке применяются кюветы из высококачественного стекла, идущего на изготовления ядерных фотопластинок.

Существующее на сегодня программное обеспечение позволяет оперативно проводить разнообразную обработку и представление объекта исследования.

В отличие от рутинного, трудоемкого, требующего большого времени, дорогостоящего оборудования и высокой квалификации специалистов, процесс исследования становится более интересным, в целом ряде случаев экспрессным

и увлекательным занятием.

В работах [1, 2] содержится большой экспериментальный материал по применению цифровых методик, включая и методики, основанные на регистрации цвета исследуемых объектов различной физико-химической природы и его изменения под действием различных факторов. Объектами исследования являлись: изображения монокристаллов, полученные методами фотоупругости и РТБ, содержащие контраст, формируемый дефектами различного типа и скрытый зашумляющими факторами; говядина и свинина различных отечественных и зарубежных производителей; мясная продукция различных производителей (колбасные изделия); мясо цыпленка-бройлера и его посол смесью соль-перец-чеснок; промышленная и питьевая вода; пиво и вино различных производителей.

Решаемые в этих работах проблемы и исследуемые процессы: выявление и идентификация на фоне шума дефектов структуры монокристаллов; повышение экспрессности дискретного вейвлет-анализа изображений; поиск простых количественных критериев, повышающих надежность расшифровки контраста и уменьшающих субъективность идентификации дефектов структуры, а также выбора оптимального метода цифровой обработки и вейвлет-базиса; оценка влияния на качество пищевой продукции различных внешних факторов (условий хранения, заморозки и разморозки, температуры и т.д.); визуализация процесса посола мяса многокомпонентной смесью, определение его количественных параметров и характеристик (скорости и глубины проникновения как смеси, так и отдельных ее компонентов); оценка эффективности очистки питьевой воды; регистрация без применения специальных красителей частиц различной физико-химической природы, загрязняющих пиво, и визуализация процесса старения пива; выявление фальсифицированной винной продукции.

Основными регистрируемыми при цифровой обработке параметрами были: разностный контраст (РК), яркостные характеристики (ЯХ), профили интенсивности (ПИ), области равного контраста (ОРК), построенные в черно-белом и цветном форматах, а также отдельно для каждой компоненты цвета (синей, зелено-й и красной).

По изменениям этих характеристик можно объективно судить о действии на исследуемый объект интересующего нас фактора, который

приводил к изменению цветовых характеристик, как правило, не регистрируемых визуально.

Последовательность эксперимента и регистрируемые характеристики исследуемых объектов представлены на рис. 1.



Рис. 1. Последовательность цифровой обработки исследуемых объектов

Разностный контраст получается путём вычитания одного изображения из другого, например, изображений исследуемого образца до и после какого-либо воздействия на него или изображений различных сравниваемых объектов. Для устранения влияния материала кюветы и получения контраста, формируемого только исследуемым объектом, из просканированного изображения вычиталось предварительно просканированное изображение пустой кюветы. Анализируемые изображения должны иметь одинаковые размеры. Если исследуемые изображения имеют даже незначительные цветовые отличия, то построенные РК, ЯХ, ПИ и ОРК надёжно отражают этот факт. Если изменений нет, имеем нулевой РК, представляющий собой однородный фон, а при наличии изменений – ненулевой РК с соответствующей фоновой неоднородностью. ПИ, построенные для нулевого РК, имеют вид прямых линий, а ЯХ представляют собой узкие вертикальные полосы.

Яркостные характеристики показывают зависимость числа точек  $N$ , имеющих определённое значение интенсивности  $I$  в градациях серого цвета (для 8-битного изображения 255 градаций, для 16-битного изображения 65535 градаций). Для ЯХ по оси абсцисс откладывается интенсивность в градациях серого цвета, по оси ординат – количество точек, имеющих данную интенсивность.

Для ряда методик ПИ являются менее информативными по сравнению с РК и ЯХ, но при исследовании посола мяса именно ПИ позволяли рассчитать важнейшие характеристики процесса (глубину проникновения компонентов посолочной смеси и скорость процесса). Для ПИ по оси ординат откладывается интенсивность  $I$  в градациях серого цвета, а по оси абсцисс – размер изображения в пикселях.

При анализе изменений цветовых характеристик удобно воспользоваться построением областей (линий) равного контраста – ОРК, количество которых можно легко менять в зави-

симости от требуемой точности регистрации изменений. Построение ОРК и ПИ успешно применялось при исследовании различных способов посола мяса, для регистрации и определения глубины проникновения в мясо посолочной смеси и ее компонент.

В некоторых экспериментах использовалось небольшое, подбираемое экспериментально, гаусс-размытие.

Для обработки изображений в основном использовались программные пакеты «Matlab», «Adobe Photoshop» и «Image-Pro Plus 6.0».

В качестве примера высокой эффективности компьютерных технологий для экспресс-диагностики качества исследуемого вещества, приведем результаты диагностики качества и выявления фальсифицированной винной продукции.

На сегодняшний день для ряда регионов России характерно появление на рынке фальсифицированной винодельческой продукции. Разнообразие сортов виноградного вина и приемов его производства обуславливает многочисленные возможности для фальсификации этого продукта. Поэтому развитие и усиление контроля качества и безопасности алкогольной продукции является одним из приоритетных направлений современной науки о питании.

К важнейшим показателям качества вин, помимо вкуса, является их цвет. Цвет и интенсивность окраски красных вин зависят от его возраста, технологии, климата, почвы и сорта винограда.

Окраска, в частности, красных вин и ее стабильность определяются веществами полифенольной природы, извлеченными из кожицы и семян винограда. Основная роль в придании и сохранении окраски вин принадлежит антоцианам и танинам (полимерным фенольным соединениям).

Интенсивность окраски вин в процессе хранения, выдержки и обработках значительно снижается. Снижение окраски интенсифицируется температурой, кислородом, альдегидами, ионами переменной валентности, высоким pH вина, отсутствием ингибиторов.

К цветовым характеристикам вина относится яркость и цветность.

Яркость соответствует прозрачности вина и изменяется обратно пропорционально интенсивности окраски. Цветность определяют чистота продукта и доминирующая длина волны, характеризующая его оттенок. Таким образом, цвет вина определяется его яркостью, цветностью и чистотой. Анализируемой компонентой является суммарная интенсивность:

$$I_{\text{сум}} = \sum I_p(i)$$

При диагностике винной продукции были рассмотрены несколько видов фальсификации:

1. разбавление или галлизация – способ, при котором кислые, плохие вина «улучшают» добавлением воды с последующим доведением

- крепости и кислотности до требуемых норм;
2. добавление избытка сульфита для увеличения срока сохранности продукции;
  3. использование некачественного вина, подвергшегося избыточному нагреву (в процессе хранения и транспортировки).

В качестве примера эффективности цифровых методик ниже представлены экспериментальные результаты исследования двух видов красного вина, произведенных из разных сортов винограда:

– Каберне виноградное натуральное красное полусладкое с содержанием сахара 30–50 г/дм<sup>3</sup> и алк. 9–11% об. (производство Молдавии);

– Изабелла красное полусладкое «Русская лоза» с содержанием сахара 30–40 г/дм., алк. 10–12% об. (производство России, Краснодарский край).

Эксперименты проводились следующим образом. Вино в количестве 50–100 мл наливалось в стеклянную кювету, установленную на планшетный сканер. Рядом с кюветами помещался стандарт оптической плотности, который является абсолютным стандартом. Стандарт имеет участки с разным, но заранее известным поглощением. Далее проводилось сканирование в ручном режиме при разрешении 600 dpi. Из каждого оцифрованного изображения вырезался квадрат размером 100x100 пикселей (0,4 x 0,4 см) и с помощью программы «Image-Pro Plus 6.0» определялось количество пикселей и интенсивность каждой из трех компонент цветного изображения: красной, синей и зеленой.

### Влияние галлизации на цветность вина

Разбавление вина производили дистиллированной водой. Был исследован исходный образец и образцы с 5 %, 10 %, 15 % и 30 % разбавлением. Результаты исследований разбавления вина Каберне отражены в табл. 1 и диаграммах рис. 2. Результаты исследований разбавления вина Изабелла отражены в табл. 2 и а диаграммах рис. 3.

Таблица 1

#### Изменение суммарной интенсивности вина Каберне при разбавлении

Разбавление, %	Средняя суммарная интенсивность		
	красная компонента	зеленая компонента	синяя компонента
0	$1,18 \times 10^7$	101590	566684
5	$1,21 \times 10^7$	299647	878827
10	$1,25 \times 10^7$	386130,5	923274,5
15	$1,28 \times 10^7$	290265	715991
30	$1,38 \times 10^7$	466661,5	695063,5

По интенсивности красной компоненты (рис. 2,а, рис 3,а) можно оценивать разбавление. С увеличением разбавления интенсивность окраски увеличивается.

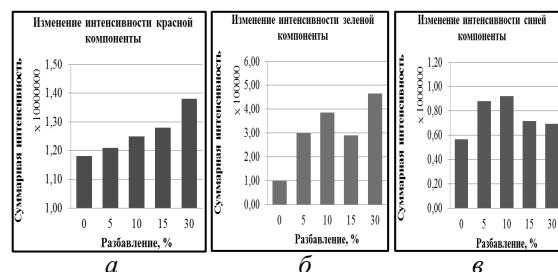


Рис. 2. Изменение интенсивности для вина Каберне: а – красная компонента, б – зеленая компонента, в – синяя компонента

Таблица 2  
Изменение суммарной интенсивности вина Изабелла при разбавлении

Разбавление, %	Средняя интенсивность		
	красная компонента	зеленая компонента	синяя компонента
0	$1,48 \times 10^7$	1092375	1403158
5	$1,57 \times 10^7$	976962,5	1040647
10	$1,62 \times 10^7$	1207005	1311365
15	$1,65 \times 10^7$	1316617	1205729
30	$1,78 \times 10^7$	1963225	1753105

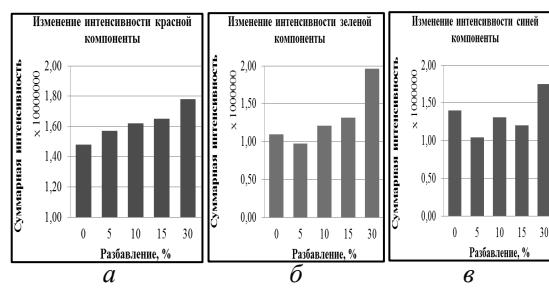


Рис. 3. Изменение интенсивности для вина Изабелла: а – красная компонента, б – зеленая компонента, в – синяя компонента

Для проверки полученных результатов было произведено разбавление вина с добавлением сахара и спирта. Результаты исследований вина Каберне отражены в табл. 3 и рис. 4.

Таблица 3  
Изменение суммарной интенсивности вина Каберне при разбавлении с восстановлением крепости и сахаристости

Разбавление, %	Средняя интенсивность		
	красная компонента	зеленая компонента	синяя компонента
0	$1,14 \times 10^7$	1394438	1889470
5	$1,23 \times 10^7$	374146,5	936681,5
10	$1,23 \times 10^7$	403466	945829
15	$1,33 \times 10^7$	373621	818973
30	$1,43 \times 10^7$	506511,5	877643

При сравнении диаграмм рис. 2,а и рис. 4,а можно сделать вывод, что варьирование содержания спирта и сахара в пределах 30% не оказывает заметного воздействия на цветность вина.

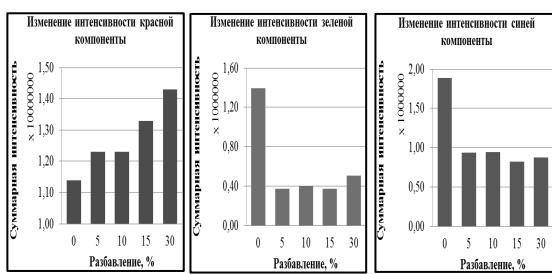


Рис. 4. Изменение интенсивности для вина Каберне при разбавлении с восстановлением крепости и сахаристости: а – красная компонента, б – зеленая компонента, в – синяя компонента

Анализируя полученные результаты можно заключить, что добавление сульфита увеличивает яркость в среднем на 30%, но не защищает от изменения цвета.

#### Влияние избыточного сульфита на цветность и сохранность окраски вина

Сульфитация снижает интенсивность окислительно-восстановительных процессов в продуктах переработки винограда. Умеренное поступление кислорода (10–20 мг/дм<sup>3</sup>) является нормальным для здорового винограда и обеспечивает при прочих равных условиях получение чистых здоровых вин. Избыточное (30–40 мг/дм<sup>3</sup> и более) поступление кислорода приводит к получению окисленных вин с обедненным сортовым ароматом, простым выветренным ароматом и вкусом. Наибольший вред чрезмерное окисление наносит аромату и цвету будущего вина.

Для проведения эксперимента было взято два образца вина по 100 мл. Второй образец содержал 0,06 г сульфита натрия, что соответствует максимально допустимому содержанию сульфита в вине. Образцы хранились при доступе кислорода. Данные пробы сканировались каждые сутки. Результаты исследования представлены в таблице 4 и на рис. 5.

Таблица 4

#### Изменение суммарной интенсивности в процессе хранения при сульфитации вина Каберне 1

Период хранения, суток	Суммарная интенсивность			
	красной компоненты	зеленой компоненты	синей компоненты	
	исходный	сульфит	исходный	сульфит
1	$1,14 \times 10^7$	$1,60 \times 10^7$	1394438	1081029
2	$1,06 \times 10^7$	$1,39 \times 10^7$	320139	619908
3	$1,04 \times 10^7$	$1,36 \times 10^7$	300531	637338
4	$1,03 \times 10^7$	$1,33 \times 10^7$	261252,5	606442
8	$9,09 \times 10^6$	$1,15 \times 10^7$	160818	409634
9	$8,30 \times 10^6$	$1,07 \times 10^7$	231948	264861,5
10	$7,98 \times 10^6$	$1,01 \times 10^7$	334339	680856,5
			729354,5	771033

Анализируя полученные результаты можно заключить, что добавление сульфита значительно увеличивает яркость в среднем на 30%, но не защищает от изменения цвета.

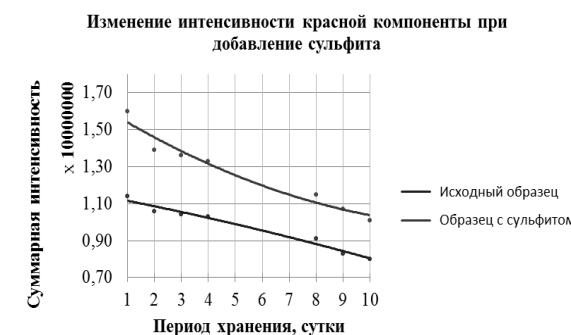


Рис. 5. Изменение интенсивности красной компоненты при добавлении сульфита

Таким образом, применяя предложенный выше подход, использованный ранее для диагностики монокристаллических материалов, можно надежно проводить экспресс-оценку качества веществ различной физико-химической природы, в данном случае винной продукции.

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

#### Литература

- Ткаль В.А., Шараева А.В., Жуковская И.А. Компьютерная диагностика качества. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 346 с.
- Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 385 с.

## ЦИФРОВАЯ ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА КАЧЕСТВА ВОДЫ, ИСПОЛЬЗУЕМОЙ В РАЗЛИЧНЫХ ПРОИЗВОДСТВАХ

В.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская, Н.Н. Водолазова

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия

E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

### **Введение и постановка задачи**

Вода относится к наиболее используемым в любом производстве веществам. В зависимости от области ее применения к ней предъявляются различные требования по качеству. Вода, поступающая в наши дома, на промышленные предприятия и предприятия пищевой промышленности, проходит многоступенчатую систему очистки и контроля ее качества, соответствия ГОСТ и нормам СанПиН [1]. Если говорить о воде, используемой в полупроводниковом производстве и в ряде других высокотехнологичных производствах, то требования к ее качеству могут быть крайне высокими.

Контроль воды включает в себя определение большого количества различных физико-химических параметров и характеристик, а также применение, зачастую, сложных и трудоемких диагностических методов, дорогостоящего оборудования и высококвалифицированного персонала [2]. Весь процесс диагностики воды занимает большое время, а в ряде случаев требуется оперативная оценка соответствия или несоответствия воды требуемым нормам и качеству. Для решения этой проблемы необходимы простые, объективные, высокочувствительные и экспрессные методы, доступные для широкого круга предприятий и учреждений, позволяющие по небольшому количеству параметров и характеристик дать экспресс-оценку качества воды.

Для решения этой проблемы перспективными являются современные компьютерные технологии. Наличие программного обеспечения, высокочувствительной и высокоразрешающей оргтехники, персональных компьютеров, интереса к компьютерным технологиям и их привлекательности делает решение этой проблемы увлекательным процессом.

В качестве параметра, по изменению которого можно было бы судить о качестве веществ различной физико-химической природы, включая и воду, можно взять их цвет и его изменение под действием различных внешних и внутренних факторов [2]. Что касается непосредственно воды, то ее цвет зависит от большого количества параметров и характеристик, определяемых по гостированным методикам [1]. Экспресс-регистрация изменения цвета воды (или другого объекта исследования), не требующая большого времени и дорогостоящего оборудования, всегда будет сигналом для более детального исследо-

ования причин, вызвавших отклонения ее качества от соответствующих требований.

### **Методика экспресс-диагностики качества воды, основанная на регистрации изменений яркостных характеристик**

**Используемое оборудование:** персональный компьютер средней мощности, планшетный сканер с разрешением не менее 4800 dpi и оптической плотностью 3.6–4.0 D, цифровой аппарат с оптической насадкой для микроскопа, микроскоп, цветной струйный принтер.

**Программное обеспечение:** математический программный пакет «Matlab», «Image-Pro Plus 6.0», «Adobe Photoshop», используемые для построения яркостных характеристик (ЯХ), профилей интенсивности (ПИ), разностного контраста РК (нулевого и ненулевого).

**Оцифровка изображений** проводится с помощью планшетного сканера и цифрового аппарата, установленного при помощи оптической насадки на микроскоп. Сканирование в ручном режиме и съемка проводятся с постоянными установками при максимальном разрешении и необходимом увеличении. Питание подсветки микроскопа осуществляется через дополнительные стабилизированные источники питания. Сканирование и съемка проводится в затемненном помещении и контроле его освещенности.

Для устранения влияния материала кюветы на изображение исследуемого объекта предварительно проводится сканирование и съемка пустой кюветы.

**Подготовка образцов:** строго фиксированное количество исследуемой воды наливается в стеклянную кювету, изготовленную из стекла, идущего на изготовление ядерных фотопластинок, и закрывается сверху стеклом. Далее кювета помещается на столик микроскопа или на стекло сканера. При использовании в качестве оцифровывающего устройства сканера на стекло можно одновременно устанавливать до шести кювет и проводить одновременное их сканирование с последующим сравнением полученных изображений.

### **Обработка оцифрованных изображений**

Суть предлагаемой методики покажем на примере диагностики качества речной и очищенной на водоочистительных станциях воды.

Для всех оцифрованных изображений для разных цветовых каналов (синего, зеленого и красного) строятся ЯХ, ПИ и РК. Разложение исследуемого контраста по цветовым каналам позволяет получить дополнительную информацию и повысить чувствительность методики к регистрации изменения цвета.

Яркостные характеристики фактически представляют собой гистограммы исследуемого контраста: по оси ординат откладывается количество точек, имеющих данную интенсивность, а по оси абсцисс – интенсивность в градациях серого цвета (0–255 для 8-битного формата). Как показали исследования, ЯХ являются наиболее информативным количественным критерием оценки изменений цвета исследуемого объекта по сравнению с ПИ.

Профили интенсивности показывают изменение интенсивности в выбранном направлении: по оси ординат откладывается интенсивность в градациях серого цвета (0–255 для 8-битного формата), а по оси абсцисс – расстояние в пикселях.

Разностный контраст представляет результат вычитания двух сравниваемых изображений (одинакового размера) исследуемого объекта. Если сравниваемые изображения абсолютно неразличимы, то имеем нулевой РК, представляющий собой однородный фон (рис. 1, а), а ЯХ и ПИ на графиках представляют собой, соответственно, вертикальные и горизонтальные линии, расположенные в строго определенном месте, рис. 1, б–д.

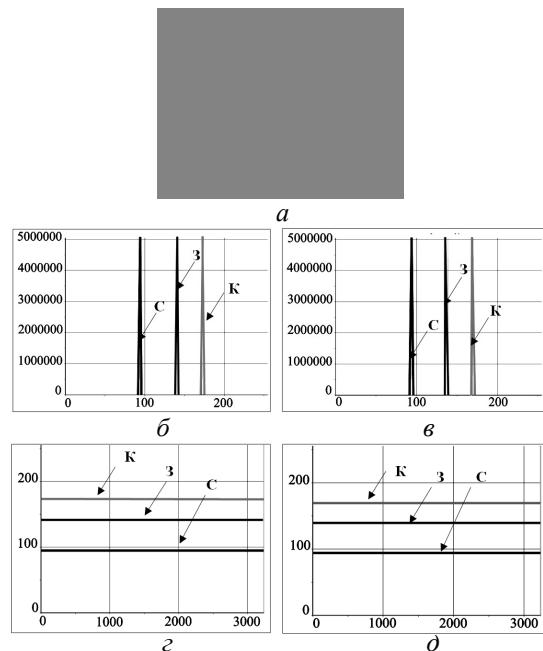


Рис. 1. Результат цифровой обработки для нулевых РК проб речной воды до (б, г) и после очистки (в, д): б, в – ЯХ, г, д – ПИ; С, З и К – синий, зелёный и красный цветовые каналы (черно-белый формат)

Если сравниваемые изображения (контрасты) визуально неразличимы, но все же имеют незначительные отличия по цвету, то получается ненулевой РК с отличными от нулевого ЯХ и ПИ, причем наиболее информативными оказываются ЯХ (рис. 2). Эти отличия можно усилить представлением оцифрованных изображений в 16-битном или 32-битном (HDR-изображения) форматах [3].

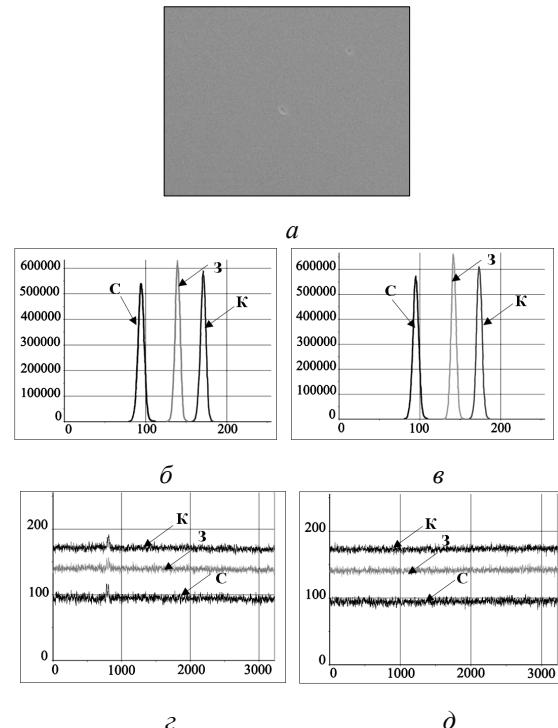


Рис. 2. Результат цифровой обработки изображений одной из проб речной воды до (б, г) и после очистки (в, д): б, в – ЯХ, г, д – ПИ; С, З и К – синий, зелёный и красный цветовые каналы (черно-белый формат)

Сравнивая между собой максимальные значения ЯХ можно судить об изменениях цвета, происходящих в исследуемом веществе.

К физико-химическим параметрам, сильно влияющим на значения ЯХ, относятся цветность, мутность, pH и щёлочность и ряд других. В качестве примера в таблице 1 представлены некоторые физико-химические параметры для различных проб воды.

Таблица 1  
Физико-химические параметры воды

Дата	Мутность, мг/л		Цветность, град		pH		Щёлочность	
	Норма по СанГипн	1,5	речная	опытная	речная	опытная	речная	опытная
Проба воды								
17.10.2011	6	0,45	77	11	7,54	6,35	1,4	0,46
25.10.2011	23,8	0,24	70	10	7,36	6,25	1,45	0,48
02.11.2011	6,1	0,7	105	10	7,5	6,45	1,4	0,65
13.11.2011	7,2	0,95	117	7	7,15	6,15	1,15	0,31

Для уменьшения погрешности измерений один и тот же образец оцифровывался несколь-

ко раз. Погрешность, определённая по стандартной методике, не превышала 1–2 %, и была обусловлена в основном изменением освещённости анализируемого вещества при оцифровке.

На рис. 3 нанесены точки, соответствующие максимальным значениям ЯХ для различных цветовых каналов изображений очищенной воды. Вода, максимальные значения ЯХ которой попали в выделенные области, соответствует требованиям СанПин, а не попавшие – соответствуют воде, не удовлетворяющей по каким-либо параметрам и характеристикам этим требованиям [2]. Такая вода требует дополнительной очистки и контроля.

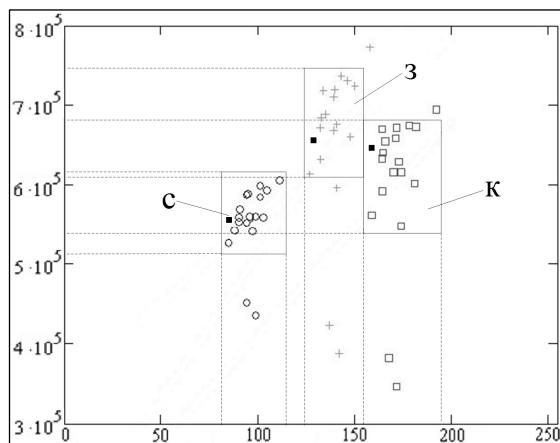


Рис. 3. Области максимальных значений ЯХ, соответствующей нормам СанПиН, для очищенной воды: С, З и К – синий, зелёный и красный цветовые каналы. Чёрными точками показаны результаты диагностики воды, взятой на одном из пищевых предприятий

В таблице 2 представлены результаты расчёта коэффициентов корреляции между физико-химическими показателями воды (цветность, мутность, pH и щёлочность) и максимальными значениями ЯХ для трёх цветовых каналов (синего, зелёного и красного).

Таблица 2

**Коэффициенты корреляции между физико-химическими показателями воды и яркостными характеристиками оцифрованных изображений**

Показатель	Коэффициент корреляции					
	Синий канал		Зелёный канал		Красный канал	
	X	Y	X	Y	X	Y
Цветность	-0,496	-0,234	0,583	0,989	0,882	-0,509
Мутность	-0,378	0,989	-0,505	0,012	-0,455	0,967
pH	-0,755	-0,179	-0,222	0,961	-0,452	0,080
Щёлочность	-0,790	-0,317	0,105	0,969	0,908	0,141

Видно, что для каждого из трёх цветовых каналов физико-химические показатели качества воды имеют хорошую корреляцию с максимальными значениями ЯХ, поэтому выбор яркостных характеристик в качестве количественного критерия оценки качества воды является обоснованным и объективным.

Время диагностики составляет несколько минут.

Выбранный подход, основанный на регистрации изменений цвета исследуемого объекта по ЯХ, является применим для широкого круга веществ, у которых под действием различных факторов происходит невидимое глазом изменение цвета, а ЯХ являются универсальным количественным критерием оценки качества.

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

#### Литература

- СанПиН 2.1.4.1074-01 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Санитарно-эпидемиологические правила и нормы.
- Ткаль В.А., Шараева А.В., Жуковская И.А. Компьютерная диагностика качества. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 346 с.

# ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ

В.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия

E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

## Введение и постановка задачи

Поляризационно-оптический анализ (метод фотоупругости) относится к оптическим и неразрушающим методам диагностики структурного совершенства монокристаллических материалов [1]. Поляризационно-оптический контраст, формируемый дефектами структуры различного типа, имеет, как и в топографии на основе эффекта Бормана (метод РТБ), вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых зависит от типа дефекта и его расположения в объеме монокристалла, а размеры от розеток – от типа исследуемого монокристалла. Поэтому при исследовании монокристаллов поляризационно-оптический анализ широко применяется как в качестве самостоятельного, так и в качестве контрольного метода [2–7].

Расшифровка экспериментального поляризационно-оптического контраста проводится визуально и часто затруднена из-за сильной фоновой неоднородности: часть фотоснимка может быть сильно затемнена или засветлена. Применение различных фотографических приемов устранения фоновой неоднородности, как правило, не приводит к желаемому результату, а сам процесс является трудоемким и малоэффективным: выявляя изображения в одних областях, теряем в других, часто используется фотографическая пересъемка исследуемого монокристалла при разных установках.

Устранение фоновой неоднородности при сохранении положительной информации о дефектах структуры монокристалла достигается цифровой обработкой экспериментального контраста, которая может быть основана как на анализе яркостных характеристик анализируемого контраста, так и его частотных характеристик, например, вейвлет-анализа [7].

## Цифровая обработка на основе анализа яркостных характеристик

Наибольшей эффективностью устранения сильной фоновой неоднородности, обладает метод, основанный на высокочастотной фильтрации с предварительной обработкой изображения нелинейным фильтром (логарифмирование и экспонирование) [3]. Фильтрация осуществляется путем математической обработки пикселей исходного изображе-

ния, попадающих в окно фильтра. Окно фильтра передвигается по всему изображению таким образом, чтобы каждый пиксель изображения побывал центральным элементом окна фильтра. Сама же обработка заключается в следующем.

Вычисляется среднее значение пикселей исходного изображения, попавших в текущее положение окна фильтра. В зависимости от этого значения выбирается одна из функций преобразования центрального пикселя. После чего центральный пиксель окна фильтра обрабатывается с использованием этой функции и записывается на то же место, но в обработанное изображение (при фильтрации используются только элементы исходного изображения). Далее окно фильтра сдвигается и его центральным элементом становится другой пиксель исходного изображения. Вся обработка повторяется до тех пор, пока не будут обработаны все пиксели изображения. Если среднее значение пикселей в окне фильтра меньше 0.5, то выбирается логарифмическая функция преобразования, если больше, то экспоненциальная. Конкретный вид выбранной функции будет зависеть от среднего значения пикселей исходного изображения.

Результат обработки поляризационно-оптического контраста представлен на рис. 1.

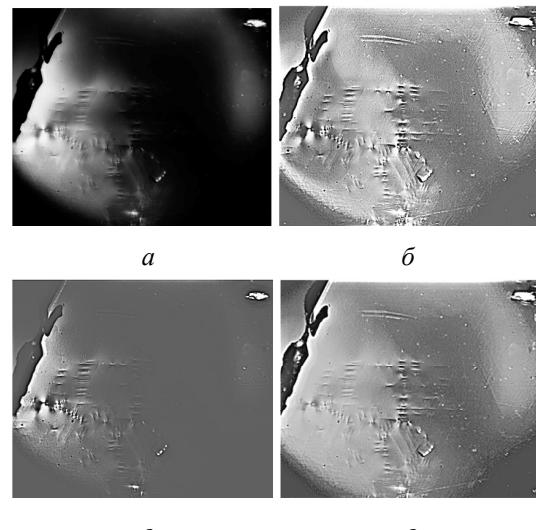


Рис. 1. Результат устранения фоновой неоднородности поляризационно-оптического изображения монокристалла 6H-SiC: а – исходное; б – высокочастотная фильтрация с предварительной обработкой нелинейным фильтром, включая логарифмирование и экспонирование; в – ВЧ фильтрация с применением только

*экспоненцирования изображения;  $\varphi$  – ВЧ фильтрация с применением только логарифмирования изображения*

Обработка заключается в нелинейном усилении с последующей ВЧ фильтрацией и сжатием динамического диапазона. Сравнение изображения на рис. 1,*б* с изображениями на рис. 1,*г* и рис. 1,*в* показывает, что на нём одновременно хорошо видны детали в тёмных и в светлых областях. Использование описанного фильтра приводит также к большому сжатию динамического диапазона изображения, так как для светлых и тёмных областей используются различные функции, каждая из которых сжимает динамический диапазон.

В данном фильтре возможно использование и других функций преобразования. При этом необходимым условием является плавный переход от функций для тёмных областей к функциям для светлых областей. Если это условие не выполняется, то в обработанном изображении возникнут искажения в виде контуров с резким перепадом яркости.

Поляризационно-оптический анализ в отличие от топографического метода позволяет избежать потери низкочастотных особенностей экспериментального контраста (лепестков розеток интенсивности) при цифровой обработке. Экспериментально полученные изображения дефектов различного типа хорошо совпадают с теоретически рассчитанными по модифицированным уравнениям Инденбома-Чамрова.

### Цифровая обработка на основе дискретного вейвлет-анализа

Известно, что наиболее полная информация об исследуемом сигнале может находиться в его частотной области.

Дискретный вейвлет-анализ является, как и широко применяемый на практике Фурье-анализ, разновидностью частотного анализа сложных сигналов, к которым относится топографический контраст. Экспериментальные исследования показали заметное преимущество вейвлет-анализа по сравнению с Фурье-анализом [3].

В основе дискретного вейвлет-анализа лежит декомпозиция исследуемого контраста на определенное число уровней, зависящее от его размера. В результате декомпозиции получаются два вида коэффициентов, характеризующих частотный спектр изображения: масштабные коэффициенты содержат низкочастотные особенности, а детальные (диагональные, вертикальные и горизонтальные) – высокочастотные особенности. Подбирая оптимальную полосу пропускания фильтрации и обнуляя на всех уровнях декомпозиции масштабные коэффициенты, можно при реконструкции (восстановлении) получить контраст, содержащий очищенные от шума изображения дефектов структуры.

Существенным недостатком такого подхода является наличие явления элайзинга – флюктуации интенсивности на границах монокристалла и на дефектах, связанных с обработкой его поверхности (рис. 2).

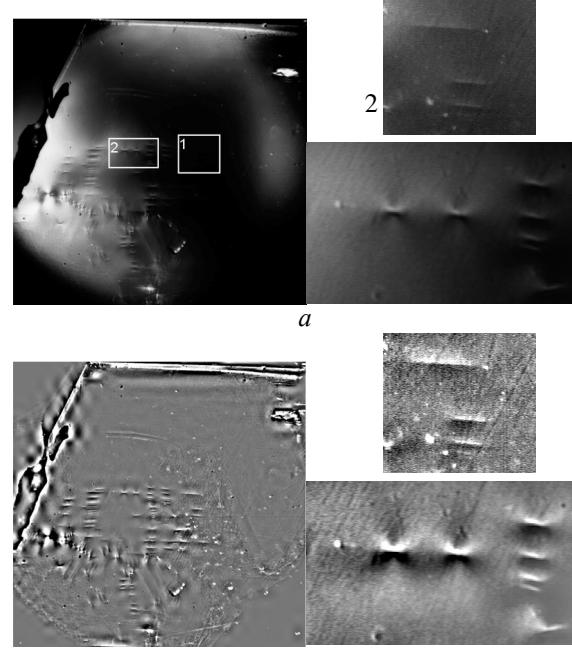


Рис. 2. Результат устранения фоновой неоднородности поляризационно-оптического изображения монокристалла 6H-SiC при использовании вейвлет-базиса  $sym8$ : *а* – исходное, включая выделенные области 1 и 2; *б* – после цифровой обработки при полосе пропускания ВЧ фильтра, ограниченной 1 и 6 уровнями разложения

Повышение быстродействия вейвлет-обработки в 10–12 раз и устранение явления элайзинга достигается выделением фоновой неоднородности и её вычитанием из исходного контраста. Данный подход включает в себя 4 этапа:

**1 этап** (рис. 3,*б*) – обнуление детализирующих коэффициентов и выделение после обработки только фоновой неоднородности;

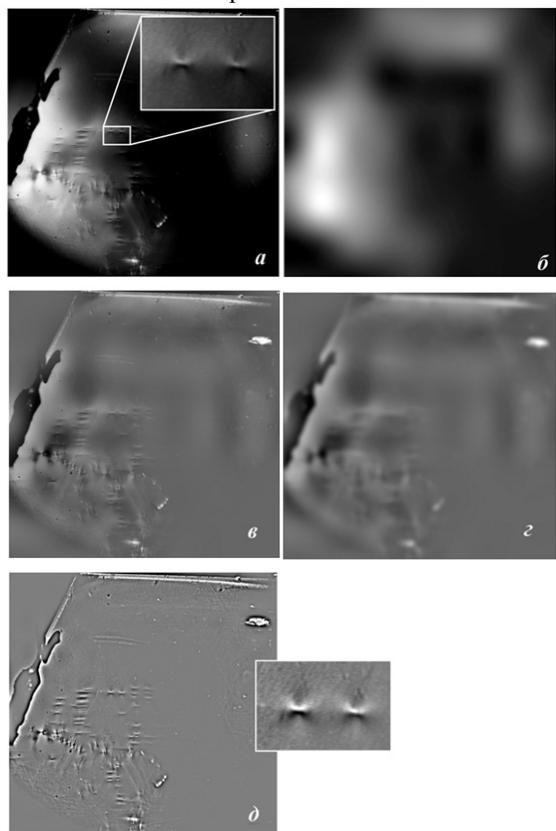
**2 этап** (рис. 3,*в*) – построение разностного контраста между исходным контрастом и полученным на первом этапе;

**3 этап** (рис. 3,*г*) – гаусс-размытие разностного контраста (подбирается экспериментально);

**4 этап** (рис. 3,*д*) – строится результирующий разностный контраст между размытым на 3 этапе и разностным контрастом, полученным на 2 этапе (рис. 3,*б*). Для лучшего визуального восприятия результирующего контраста и лучшей его детализации подбирается оптимальный динамический диапазон.

По сравнению с методами, основанными на анализе яркостных характеристик, дискретный вейвлет-анализ позволяет в большей степени сохранить низкочастотные особенности экс-

периметрального контраста и повысить надежность идентификации дефекта и его расположения в объеме монокристалла.



*Рис. 4. Последовательность устранения фоновой неоднородности поляризационно-оптического контраста монокристалла 6Н-SiC для 7 уровня декомпозиции: а – исходный; б–д – последовательно 1–4 этапы цифровой обработки*

Сопоставление двух подходов цифровой обработки позволяет в целом отдать предпочтение дискретному вейлет-анализу.

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

#### Литература

1. Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Ткаль В.А. Рентгеновская топография на основе эффекта Бормана. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 341 с.
2. Инденбом В.Л., Томиловский Г.Е. Макроскопические краевые дислокации в кристалле корунда // Кристаллография. – 1957. – Т. 2, № 1. – С. 190–194.
3. Милевский Л.С. Дислокационная структура полупроводников и методы её исследования. // Дислокации и физические свойства полупроводников / Под ред. А.Р. Регеля. – Л.: Наука, 1967. – С. 5–29.
4. By Ge Chuan-zhen, Ming Nai-ben, Freng Duan. A study of screw dislocations in gadolinium gallium garnet and yttrium aluminium garnet crystals by birefringence topography // Philosophical Magazine A. – 1986, – V. 53, № 2. – P. 285–296.
5. Ming Nai-ben, By Ge Chuan-zhen. Direct observation of defects in transparent crystals by optical microscopy // Journal of Crystal Growth. – 1990. № 99. – P. 1309–1314.
6. Инденбом В.Л., Никитенко В.И., Милевский Л.С. Поляризационно-оптический анализ дислокационной структуры кристалла // ФТТ, – 1962, – Т. 4, № 1. – С. 231–235.
7. Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 385 с.

# КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ HDR-ИЗОБРАЖЕНИЙ

В.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия  
E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

## Введение и постановка задачи

Более полное выделение особенностей контраста, формируемого дефектами, возможно при получении и последующей вейвлет-обработке 32-битных изображений – изображений с расширенным динамическим диапазоном (High Dynamic Range, HDR). Теоретические основы процесса получения HDR-изображений из обычных фотографий с различным временем экспозиции рассмотрены в работе [1]. Для получения HDR-изображений использовался программный пакет «Photoshop CS2 и технология «Merge to HDR», в основе которой лежит использование нескольких снимков (от двух до семи) с разной экспозицией, которые затем автоматически совмещаются в один файл с разрешением 32 бит/канал. На практике выбирались такие значения экспозиции, которые позволили получить набор снимков с хорошей проработкой деталей как в области высокой, так и в области низкой интенсивности. В целях совместимости с существующим программным обеспечением 32-битные HDR-изображения конвертируются в изображения 16- или 8-битного формата. Инструменты, предоставляемые современными графическими и математическими пакетами, реализуют сжатие динамического диапазона с максимально возможным сохранением контраста, что минимизирует потерю информации при переходе к меньшему формату.

Сравним между собой два HDR-изображения фрагмента топограммы монокристалла 6H-SiC, переведенных для последующей вейвлет-обработки в 8- и 16-битный форматы (рис. 1). Визуально эти изображения не отличаются друг от друга.

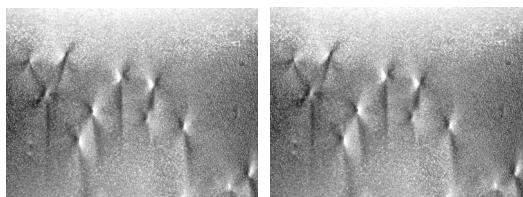


Рис. 1. Топографическое HDR-изображение фрагмента топограммы монокристалла 6H-SiC, сохраненных в форматах 8- и 16 бит

Построим для этих изображений нулевые разностные контрасты (РК), профили интенсивности (ПИ) и яркостные характеристики (ЯХ) (рис.2). Яркостные характеристики фактически

представляют собой гистограммы исследуемого контраста: по оси ординат откладывается количество точек, имеющих данную интенсивность, а по оси абсцисс – интенсивность в градациях серого цвета.

Профили интенсивности показывают изменение интенсивности в выбранном направлении: по оси ординат откладывается интенсивность в градациях серого цвета, а по оси абсцисс – расстояние в пикселях.

Разностный контраст представляет результат вычитания двух сравниваемых изображений (одинакового размера) исследуемого объекта.

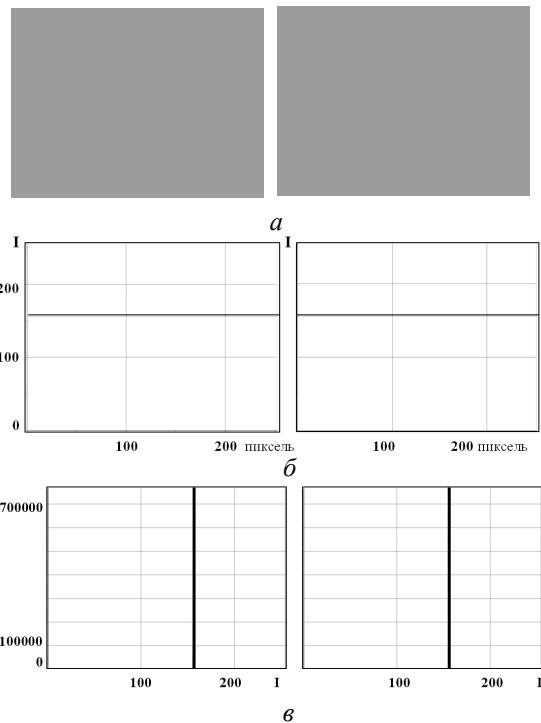


Рис. 2. Нулевые РК (исходное–исходное), ПИ (б) и ЯХ (в)

Разностные контрасты между изображениями 8-8 бит и 16-16 бит являются нулевыми, их профили интенсивности и яркостные характеристики идентичны по форме и по численным значениям.

Разностный контраст между исходными изображениями не является нулевым (рис. 3). Профиль интенсивности, снятые в любом направлении, уже не представляет прямую линию, параллельную горизонтальной оси, а имеет сильную флуктуацию интенсивности. Максимумы яркостных характеристик нулевого и не нулевого разностных контрастов имеют различ-

ные значения, а сами характеристики отличаются по форме.

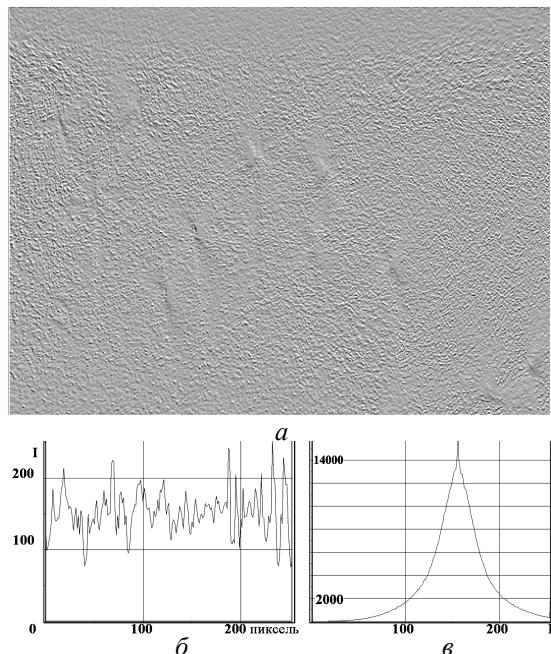


Рис. 3. Результат вычитания двух фрагментов топограмм монокристалла 6H-SiC (PK), представленных на рис. 1: PK (а), ПИ (б) и ЯХ (в)

Используя описанный выше подход, можно показать визуально невидимое отличие между изображениями, сохраненными в 8- и 16-битном форматах, между различными методиками цифровой обработки, между различными вейвлет-базисами и т.д. [2].

#### Литература

1. Paul E. Debevec and Jitendra Malik. Recovering High Dynamic Range Radiance Maps from Photographs, Proceedings of SIGGRAPH 97, Computer Graphics Proceedings, Annual Conference Series, pp. 369–378 (August 1997, Los Angeles, California). Addison Wesley. Edited by Turner Whitted. ISBN 0-89791-896-7.
2. Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 385 с.

# Параболическое волновое уравнение с прозрачными граничными условиями в рентгеновской оптике

Р.М. Фещенко<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский пр. 53, 119991 Москва Россия

Параболическое волновое уравнение, было впервые предложено Леонтьевичем и Фоком в середине 20-го века [1]. Оно нашло самые широкие применения в оптике, включая рентгеновскую оптику, в акустике [2–3], а также в радиофизике для моделирования распространения электромагнитных волн в атмосфере Земли и космическом пространстве. Точным математическим аналогом параболического уравнения является временное уравнение Шредингера в одно- двумерном пространстве. Уравнение же Шредингера в трёхмерном пространстве, составляющее основу квантовой механики, не имеет прямых аналогов в оптике и акустике.

На практике решение уравнений параболического типа производится численно с помощью конечно разностных методов, например с помощью абсолютно устойчивой схемы Кранка-Николсона. Однако это сопряжено с определёнными трудностями. Они проистекают оттого, что, как в оптике, так и в акустике и квантовой механике амплитуда поля или волновая функция ищется во всём пространстве, тогда как численное решение задачи с помощью метода конечно-разностных схем возможно лишь в ограниченной области пространства – в так называемой вычислительной области. Таким образом, для численного решения параболического волнового уравнения (уравнения Шредингера) необходимы граничные условия для амплитуды поля (волновой функции) на внешних границах вычислительной области, включающие только значения на самой границе вычислительной области или внутри неё. Подобные условия в общем случае являются нелокальными по продольной координате (времени) и обычно включают свёртку амплитуды поля с некоторым ядром, которое в общем случае зависит от формы вычислительной области.

Наиболее естественным из существующих граничных условий представляется так называемой точное прозрачное граничное условие, которое основано на предположении, что все источники поля находятся внутри вычислительной области, я поле может лишь вытекать через её границы. Для двумерного параболического уравнения в вакууме или его аналога – одномерного уравнения Шредингера подобное условие известно более 30 лет под названием условием Басакова–Попова–Пападакиса [3–5]. То же

самое граничное условие, но сформулированное для определённой абсолютно-устойчивой конечно-разностной схемы, известно как условие Шмидта–Дюфлнарда–Йевика [6–7].

В случае если распространение излучения происходит в среде, простирающейся до бесконечности, прозрачные граничные условия также известны для некоторых простых ситуаций. Например, прозрачное граничное условие для двумерного параболического уравнения (одномерного уравнения Шредингера) в среде с линейным градиентом диэлектрической восприимчивости (потенциала) выражается в виде интеграла по продольной координате (времени) от определённого ядра, которое может быть представлено в виде сложного интеграла содержащего функции Эйри.

Что же касается пространств с большей размерностью, то до последнего времени прозрачные граничные условия в вакууме для них были известны только для вычислительных областей определённой формы. Так для трёхмерного параболического уравнения (двумерного уравнения Шредингера) было известно прозрачное граничное условие в круглой вычислительной области [7], а для трёхмерного уравнения Шредингера было известно граничное условие на сфере [8]. Все эти условия имеют ядра, выражающиеся в виде интегралов от специальных функций, что сильно затрудняет их применения на практике.

Надо заметить, что помимо прозрачных граничных условий существуют другие типы граничных условий для уравнений параболического типа. Одним из примеров является метод идеально подобранных слоев, который, однако, не является точным [9].

К сожалению, вплоть до последнего времени точное прозрачное граничное условие не было известно как для параболического уравнения в трёхмерном пространстве (двумерного уравнения Шредингера) в прямоугольной вычислительной области [7], так и для трёхмерного уравнения Шредингера в вычислительной области в форме прямоугольной призмы [8]. Это сильно затрудняло решения трёхмерных оптических, акустических задач и квантовомеханических задач. Тем не менее, в последние годы такие прозрачные граничные условия были сформулированы [10].

Целью настоящей работы является обзор современного состояния проблемы прозрачных

граничных условий для линейного параболического уравнения (уравнения Шрёдингера) как в среде, так и в вакууме. Помимо этого, приводятся последние результаты, полученные автором для многомерного параболического уравнения (уравнения Шрёдингера), а также для двумерного параболического уравнения с линейным градиентом диэлектрической проницаемости. Обсуждаются перспективы использования прозрачных граничных условий для численного решения более сложных задач оптических и квантовомеханических задач.

- [1] Фок В. А., Проблемы дифракции и распространения электромагнитных волн, М., 1970;
- [2] F.D. Tappert, The parabolic approximation method, in Wave Propagation and Underwater Acoustics, Joseph B. Keller, John S. Papadakis, Lecture Notes in Physics, 70, 224–287 (1977).
- [3] J.S. Papadakis, "Exact Nonreflecting Boundary Conditions for Parabolic Type Approximations in Underwater Acoustics", J. Comput. Acoust, 2, 83–98 (1994).
- [4] V.A. Baskakov and A.V. Popov, "Implementation of transparent boundaries for numerical solution of the Schrodinger equation", Wave Motion 14, 123–128 (1991).

[5] A.V. Popov, "Accurate modelling of transparent boundaries in quasi-optics", Radio Science, 31, 1781–1790 (1996)

[6] D. Yevick, T. Friese, and F. Schmidt, "A Comparison of Transparent Boundary Conditions for the Fresnel Equation", Journal of Computational Physics, 168, 433-444 (2001)

[7] X. Antoine, A. Arnold, C. Besse, M. Ehrhardt, and A. Schadle, "A Review of Transparent and Artificial Boundary Conditions Techniques for Linear and Nonlinear Schrodinger Equations", Communications in Computational Physics, 4, 729–796 (2008)

[8] Heinen, M. and Kull, H-J. "Radiation boundary conditions for the numerical solution of the three-dimensional time-dependent Schrodinger equation with a localized interaction", Phys. Rev. E 79, 056709 (2009)

[9] J. Berenger, "A perfectly matched layer for the absorption of electromagnetic waves", Journal of Computational Physics, 114, 185-200 (1994)

[10] R. M. Feshchenko and A. V. Popov, Exact transparent boundary condition for the parabolic equation in a rectangular computational domain, JOSA A 28(3), p. 373–380, 2011

# ИЗМЕРЕНИЕ РЕКОМБИНАЦИОННОЙ АКТИВНОСТИ ПРОТЯЖЕННЫХ ДЕФЕКТОВ В КРЕМНИИ С ПОМОЩЬЮ ТОКА, НАВЕДЕННОГО РЕНТГЕНОВСКИМ ПУЧКОМ

**Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов, Р.Р. Фахртдинов, М.В. Григорьев**

Институт проблем проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,  
142432, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.6.  
janeshabeln@yandex.ru

Основой локальной диагностики полупроводниковых образцов и структур являются методы, в которых организовано сканирование образца пучком частиц – электронов, ионов, рентгеновских или оптических квантов. При этом процесс формирования регистрируемых частиц (отраженных, вторичных или Оже- электронов, люминесцентных или характеристических рентгеновских квантов, электронно-дырочных пар) является статистическим и в большинстве случаев идет в несколько этапов. В частности, в методе наведенного рентгеновским пучком тока (XBIC) рентгеновскими квантами выбиваются фотоэлектроны, которые при многократных столкновениях с кристаллической решеткой образца расходуют свою энергию, в том числе на генерацию электронно-дырочных пар.

В этом случае определение характеристик исследуемых образцов (диффузионной длины неосновных носителей, рекомбинационной силы протяженных дефектов) по измеренным картам наведенного тока требует привлечения моделей формирования сигнала. При этом искомые характеристики образцов входят как параметры в математическую модель сигнала и могут быть определены в результате подгонки модельных кривых под экспериментальные профили.

Для протяженных дефектов в кремнии модели формирования XBIC контраста описаны в [1] и [2]. В них транспорт неравновесных носителей, их регистрация и присутствие дефектов описываются по аналогии с подходом, развитым Донолато в [3-4] для метода наведенного электронным пучком тока (EBIC).

На рисунке 1 представлен результат исследования образца мультикремния с помощью наведенного тока. Измерения проводились в ИПТМ РАН на лабораторном источнике с врачающимся молибденовым анодом [5,6] и в растровом электронном микроскопе *Jeol JSM 840* при энергии пучка электронов 35 кэВ. Было известно, что диффузионная длина для данного образца составляет  $\sim 20 \mu\text{m}$ , а ширина рентгеновского пучка после фокусировки поликапиллярной линзой около  $10 \mu\text{m}$ . Видимые на рисунке темные линии представляют собой контраст от границ зерен в мультикремнии.

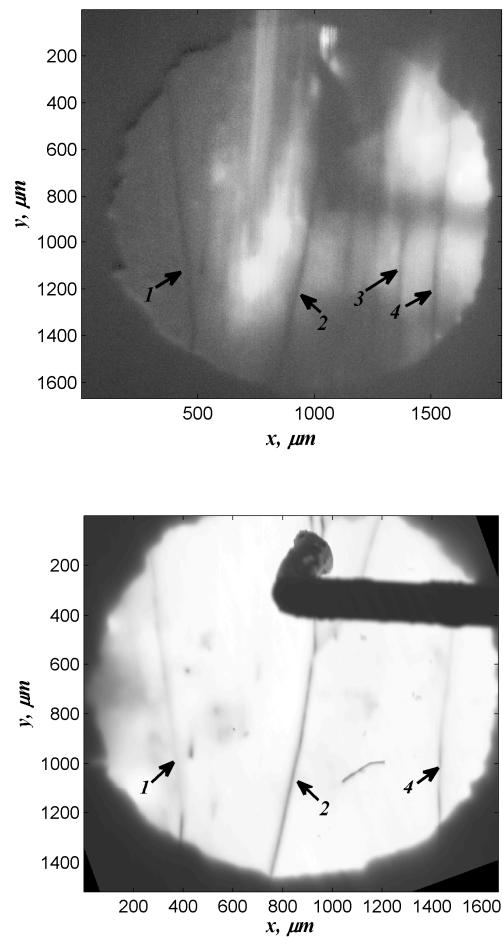


Рис.1. Карта наведенного тока для случая сканирования кремниевого диода Шоттки рентгеновским (вверху) и электронным (внизу) пучком. Стрелками отмечены границы зерен в мультикремнии.

Показана на рис. 2 (серые кривые). Соответственно.

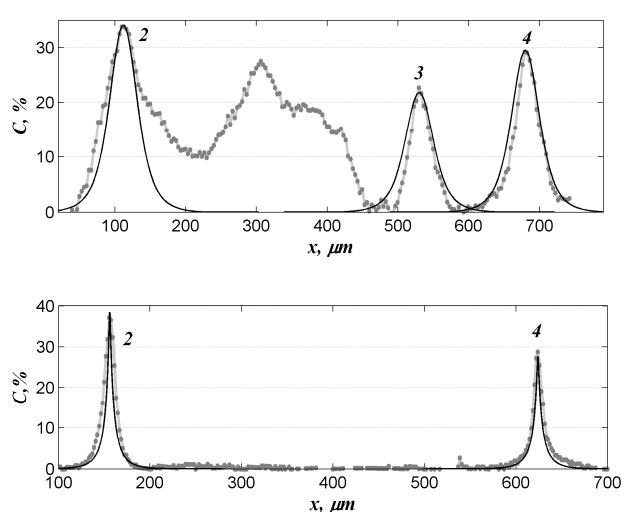


Рис.2. Профили XBIC (вверху) и EBIC (внизу) контраста границ зерен 2-4.

Аналогичным образом методом наведенного тока был исследован образец монокристаллического кремния. Результат представлен на рис. 3, полосы ..

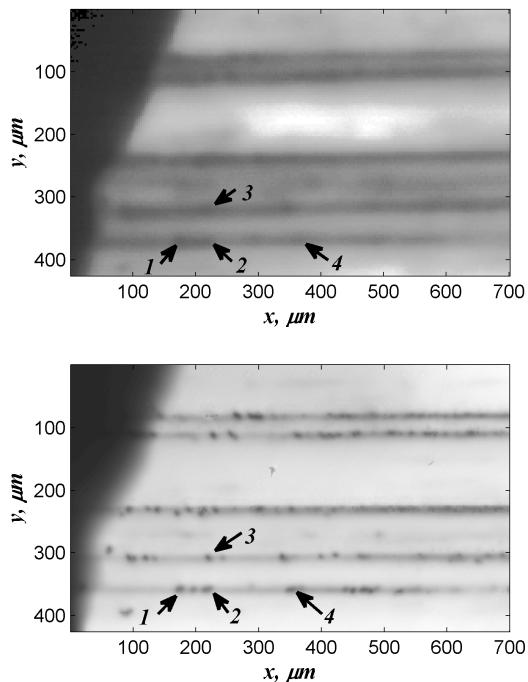


Рис.3. Карта наведенного тока для монокристаллического кремниевого образца при сканировании рентгеновским (вверху) и электронным (внизу) зондом.

В докладе будут обсуждаться результаты измерения рекомбинационной активности дислокаций 1-4, отмеченных на рис.3, а также показанных на рис.1 границ зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ 13-07-00970 А, РФФИ 13-02-00021 А, РФФИ 13-02-00265 А.

- [1] Шабельникова Я.Л., Якимов Е.Б.// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2012. № 11. С. 27-30.
- [2] Шабельникова Я.Л., Якимов Е.Б., Григорьев М.В., Фахртдинов Р.Р., Бушуев В.А.// Письма в Журнал Технической Физики. 2012. Т. 38. № 20. С. 1-7.
- [3] Donolato C. // J. Appl. Phys. 1982. V. 54. N 3. P. 1314-1322.
- [4] Donolato C. // J. Appl. Phys. 1998. V. 84. N 5. P. 2656-2664.
- [5] Fahrtdinov R.R., Feklisova O.V., Grigoriev M.V., Irzhak D.V., Roshchupkin D.V., and Yakimov E.B. // Rev. Sci. Instr. 2011. V. 82. P. 70-93.
- [6] Fahrtdinov R.R., Feklisova O.V., Grigoriev M.V., Irzhak D.V., Roshchupkin D.V., and Yakimov E.B. // Solid State Phenomena. 2011. V. 178-179. P. 226-229.

# ВЫЯВЛЕНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ДЕФЕКТОВ В ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ КРИСТАЛЛАХ И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ СВОЙСТВ МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ И РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Е. Б. Якимов

Институт проблем проблем технологии микроэлектроники и особых материалов, РАН, г. Черноголовка,  
Московская обл., Россия  
yakimov@iptm.ru

Электрически активные протяженные дефекты оказывают существенное влияние на параметры полупроводниковых материалов и структур. Поэтому большое внимание оказывается развитию методов выявления и исследования характеристик таких дефектов. Традиционно для таких исследований использовались методы тока, индуцированного электронным (метод наведенного тока или EBIC) либо лазерным (LBIC) пучками [1-4]. В этих методах образец сканируется сфокусированным оптическим или электронным пучком, который действует как локальный источник неравновесных электронно-дырочных (e-h) пар. Если в методе EBIC обычно сканируется электронный пучок, в методе LBIC сканирование обычно осуществляется за счет движения столика, что требует больше времени для получения изображения, однако легко позволяет сканировать достаточно большие области. Затем эти неравновесные носители заряда, генерируемые электронным либо световым пучком, дифундируют внутри образца, и часть из них достигает границы области пространственного заряда (ОПЗ) коллектора (барьера Шоттки или p-n-перехода). Электрическое поле внутри ОПЗ разделяет e-h пары, что приводит к появлению тока во внешней цепи. Ток, собираемый коллектором при сканировании исследуемой структуры сфокусированным пучком, является измеряемым сигналом в методах EBIC и LBIC. Электрически активные протяженные дефекты повышают скорость рекомбинации неравновесных носителей заряда, что приводит к локальному уменьшению собираемого тока, т.е. к появлению темного контраста.

Одной из важных областей применения обсуждаемых методов является характеристизация дефектов в поликристаллических солнечных элементах. Поскольку одним из важнейших требований к таким элементам является их низкая стоимость, обычно они содержат достаточно большое количество как протяженных дефектов, так и примесей, которые приводят к ухудшению параметров таких элементов. Соответственно, возникает задача подавления нежелательного влияния как примесей, так и протяженных дефектов,

решение которой требует не только выявления дефектов и определения их электрической активности, но и определение элементного и фазового состава преципитатов, формирующихся на протяженных дефектах. Методы рентгеновской микроскопии весьма эффективны для решения таких задач, вследствие чего и возникает потребность в развитие метода, позволяющего выявлять электрически активные дефекты с помощью сфокусированного рентгеновского пучка.

Метод тока, индуцированного сфокусированным рентгеновским пучком (XBIC), был реализован еще в 1972 г. [5], однако его использование в рентгеновском микроскопе для характеристики протяженных дефектов в полупроводниковых материалах началось значительно позже [6]. В этом методе рентгеновские кванты выбивают фотоэлектроны, которые, в свою очередь, рождают неравновесные e-h пары, а дальше процесс формирования сигнала аналогичен такому же процессу в методах EBIC и LBIC. Недавно было показано [7], что этот метод может быть реализован не только на синхротронном, но и на лабораторном источнике рентгеновского излучения, что может позволить существенно расширить область его применения.

Для реалистичной оценки возможностей метода XBIC были проведены расчеты контраста протяженных дефектов в предположении, что скорость генерации неравновесных носителей заряда рентгеновским пучком можно описать цилиндром с гауссовым распределением интенсивности по радиусу и экспоненциально падающей интенсивностью по глубине. XBIC контраст квазиточечных дефектов в таком приближении был рассчитан в [8], а контраст дислокаций и границ зерен в [9, 10]. Как показали расчеты, XBIC контраст маленьких преципитатов сферической формы всегда ниже контраста таких же дефектов в режиме EBIC, а в большинстве случаев существенно ниже. Однако при малых диффузионных длинах и ширине рентгеновского пучка порядка 1 мкм XBIC контраст может быть сравним с EBIC контрастом, оставаясь, правда, ниже его.

Для дислокаций и границ зерен ситуация коренным образом меняется. Как показали

расчеты, проведенные в [9,10], для двумерных дефектов перпендикулярных поверхности, таких, например, как границы зерен, при диффузионной длине порядка 100 мкм XBIC контраст практически всегда выше, чем контраст в режиме EBIC. При диффузионной длине 20 мкм XBIC контраст начинает превышать контраст в режиме EBIC, измеренный при энергии пучка 35 кэВ, при диаметре рентгеновского пучка меньше 15 мкм.

Результаты расчетов были проверены с использованием лабораторного источника рентгеновского излучения. Эксперименты, проведенные с рентгеновским пучком шириной 10 и 30 мкм показали, что результаты расчета хорошо коррелируют не только с экспериментально измеренным соотношением между величинами контраста в методах EBIC и XBIC, но и с соотношением между значениями XBIC контраста при разных диаметрах рентгеновского пучка.

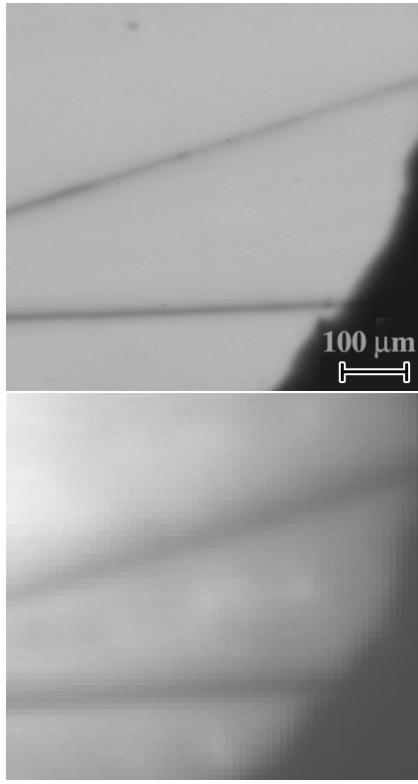


Рис. 1. Изображения двух границ зерен в мультикриSTALLическом кремни, полученные методами EBIC (вверху) и XBIC (внизу).

Примеры EBIC и XBIC изображений мультикриSTALLического Si и пластиически деформированного моно-Si приведены на Рис. 1 и 2. Видно, что контраст двумерных дефектов: границ зерен на Рис. 1 и следов за дислокациями на Рис. 2 в режиме XBIC выше, чем в режиме EBIC. Для дислокаций наоборот EBIC контраст выше, чем XBIC контраст (Рис. 2, изображения нескольких дислокаций показаны стрелками), что хорошо согласуется с результатами расчетов для используемой ширины рентгеновского пучка. Эти изображения демонстрируют не

только возможность выявления электрически активных протяженных дефектов с чувствительностью, превышающей чувствительность метода EBIC, но и возможность проведения количественных измерений свойств таких дефектов методом XBIC с использованием лабораторного источника рентгеновского излучения. Использование предложенных моделей формирования сигнала позволяет на основе этих измерений рассчитать рекомбинационную активность протяженных дефектов.

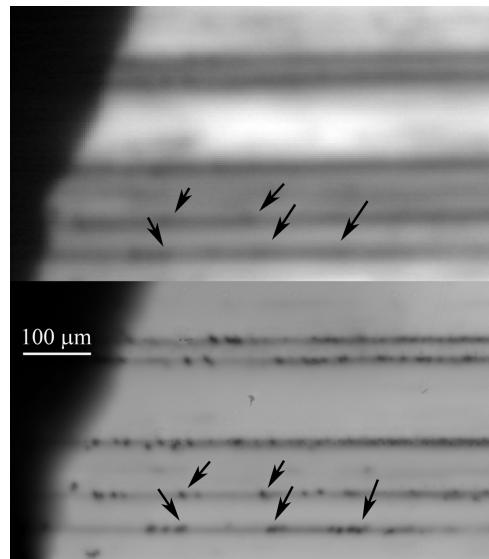


Рис. 2. Изображения двух границ зерен в мультикриSTALLическом кремни, полученные методами EBIC (вверху) и XBIC (внизу).

Работа частично поддержана грантом РФФИ 13-02-00021.

- [1] Wilson, T., Osicki, W.R., Gannaway, J.N., Booker, G.R., J. Mater. Sci., **14**, 961 (1979)
- [2] Wilson, T., McCabe, E.M., J. App. Phys., **61**, 191 (1986).
- [3] Leamy H.J., J. Appl. Phys., **53**, R51 (1982).
- [4] Якимов Е.Б., Зав. Лаб., **68**, 63 (2002).
- [5] Дицман, С.А., Спектор Ф.У., Куприянова Т.А., Расплетин К.К., Изв. АН СССР, сер. физ., **36**, 1911 (1972).
- [6] Vyvenko O.F., Buonassisi T., Istratov A.A., Hieslmair H., Thompson A.C., Schindler R., Weber E.R., J. Appl. Phys., **91**, 3614 (2002).
- [7] Fahrtdinov, R.R., Feklisova, O.V., Grigoriev, M.V., Irzhak, D.V., Roshchupkin, D.V., Yakimov, E.B., Rev. Sci. Instr., **82**, 093702 (2011).
- [8] Якимов, Е.Б., Поверхность, № 9, 10 (2010).
- [9] Шабельникова, Я.Л., Якимов, Е.Б., Поверхность, № 11, 27 (2012).
- [10] Шабельникова, Я.Л., Якимов, Е.Б., Григорьев, М.В., Фахртдинов, Р.Р., Бушуев, В.А., Письма в ЖТФ, **38**, 1 (2012).

# ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИФРАКЦИИ ОБРАТНО РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ ПОЛУПРОВОДНИКОВ

Е. Б. Якимов

Институт проблем проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия  
[yakimov@iptm.ru](mailto:yakimov@iptm.ru)

Метод дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) в растровом электронном микроскопе позволяет проводить анализ текстуры, идентификацию фаз и кристаллографическую характеристикацию кристаллических материалов [1,2]. В этом методе обратно рассеянные электроны разлетаются в широком диапазоне углов из области падения первичного пучка, дифрагируют на кристаллической решетке и при падении на флуоресцентный экран формируют Кикучи линии. В настоящее время устройство для реализации этого метода (Рис. 1) в большинстве случаев поставляется в составе приставки для рентгеновского микроанализа и доступно на многих современных растровых электронных микроскопах. Стандартное программное обеспечение позволяет путем сравнения полученных дифракционных картин с рассчитанными определить кристаллическую фазу материала и его ориентацию в области падения пучка, т.е. определять, например, ориентацию зерен в поликристаллах и их взаимную разориентацию. Можно также проводить сканирование образца электронным пучком с автоматической индексацией в каждой точке, что широко используется для получения карт распределения ориентации зерен в поликристаллических материалах.

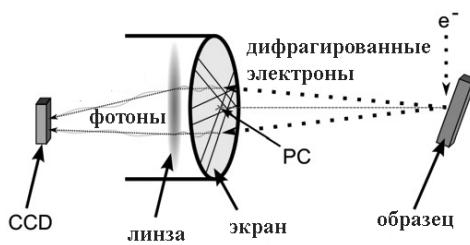


Рис. 1. Схема регистрации линий Кикучи в методе дифракции обратно рассеянных электронов.

Полупроводниковые материалы, используемые в современной электронике, в большинстве случаев являются монокристаллическими, однако есть несколько важных областей, в которых используются и поликристаллы. Одной из таких областей является солнечная энергетика. Значительная часть солнечных элементов в настоящее время изготавливается на основе мультикриSTALLического кремния, полученного

методом литья. Одним из основных преимуществ этого материала является его сравнительно низкая стоимость, однако эффективность преобразования таких элементов уступает эффективности элементов на монокристаллическом кремнии, в основном, из-за наличия в этом материале протяженных дефектов. В связи с этим возникает задача определения типа границ зерен в мультикриSTALLическом кремнии, исследования их рекомбинационной активности и поиск путей ее подавления. Проведенные нами исследования пластин мультикриSTALLического кремния методом дифракции обратно рассеянных электронов показали [3,4], что большинство содержащихся в нем границ зерен – специальные границы  $\Sigma 3$ . Границы типа  $\Sigma 3$  и  $\Sigma 9$  давали слабый контраст в режиме наведенного тока, что свидетельствует об их низкой рекомбинационной активности. Активны были границы со случайной ориентацией и часть границ  $\Sigma 27$ . Интересно отметить, что специальное загрязнение исследованных структур металлами приводило к заметному повышению активности границ со случайной ориентацией и границ  $\Sigma 27$ , однако активность границ  $\Sigma 3$  и  $\Sigma 9$  оставалась низкой, что, по-видимому, свидетельствует о слабом взаимодействии таких границ с атомами примесей.

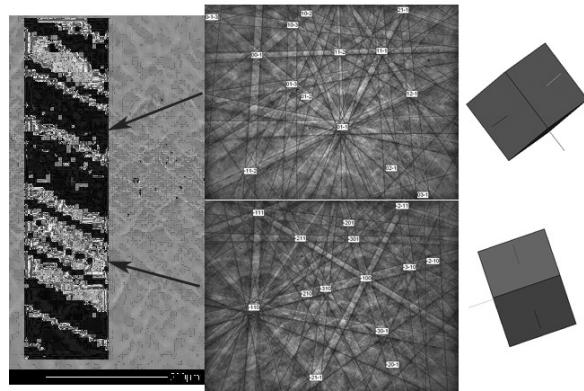


Рис. 2. Изображение фрагмента ленты кремния в режиме вторичных электронов с наложенным изображением в режиме EBSD. Справа приведены дифракционные картины для отмеченных стрелками зерен и соответствующие ориентации кристаллической решетки.

На Рис. 2 представлены результаты исследования дефектной структуры лент кремния методом дифракции обратно рассеянных электронов [5,6]. Выращивание таких лент представляется перспективным для солнечной энергетики, поскольку исключение процедуры разрезания слитков на пластины понижает стоимость материала. На карте распределения ориентации зерна с одинаковой ориентацией показаны одинаковым цветом. Видно, что подавляющее большинство зерен вытянуто вдоль направления  $<112>$ , совпадающего с направлением вытягивания. Их ширина варьируется от нескольких до 100 мкм, а длина достигает нескольких мм. Ориентация поверхности пленки близка к (110). Углы разориентации, полученные из карты распределения ориентации Рис. 2, представлены на Рис. 3. Видно, что углы разориентации между соседними зернами равны  $60^\circ$ , а границы между ними являются двойниковыми границами с плоскостью двойникования (111).

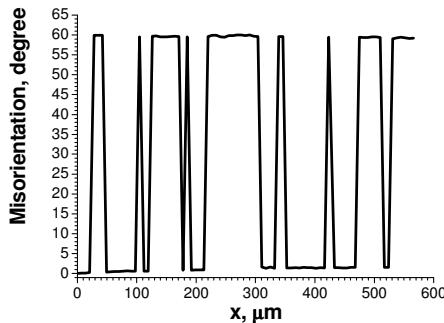


Рис. 3. Углы разориентации между зернами, полученные обработкой данных Рис. 2.

Из общих соображений электрическая активность таких границ должна быть низкая и действительно, как показали измерения методом наведенного тока, большинство границ обладают очень низкой рекомбинационной активностью. Только небольшая часть двойниковых границ является электрически активными, что хорошо коррелирует с литературными данными. Однако природа электрической активности этих границ пока окончательно не выяснена.

Третий пример применения метода дифракции обратно рассеянных электронов связан с выяснением природы люминесцирующих участков в микрокристаллическом карбиде кремния, полученном методом газофазных реакций [7]. Такие исследования представляют интерес в связи с тем, что SiC является непрямозонным материалом и вероятность излучательной рекомбинации в нем не высока. В то же время создание эффективных излучателей на основе карбида кремния представляет интерес.

Пример исследованных образцов представлен на Рис. 4, из которого видно, что они представляют собой сросшиеся

микрокристаллики SiC. Эффективное свечение на этой области образца наблюдается только на одном микрокристаллике и, как показал анализ, в основном вблизи границы между двумя кристалликами. Исследования ориентации кристалликов методом дифракции обратно рассеянных электронов показали, что светящая область прилегает к границе между кубическим и гексагональным политипами карбида кремния. Сопоставление с результатами исследования границ 4H-SiC/15R-SiC методом просвечивающей электронной микроскопии [8] и наших исследований люминесценции дефектов упаковки в гексагональном 4H-SiC позволили предположить, что высокая эффективность люминесценции в микрокристаллическом SiC связана с дефектами упаковки, формирующими вблизи границы между кубическим и гексагональным политипами карбида кремния.

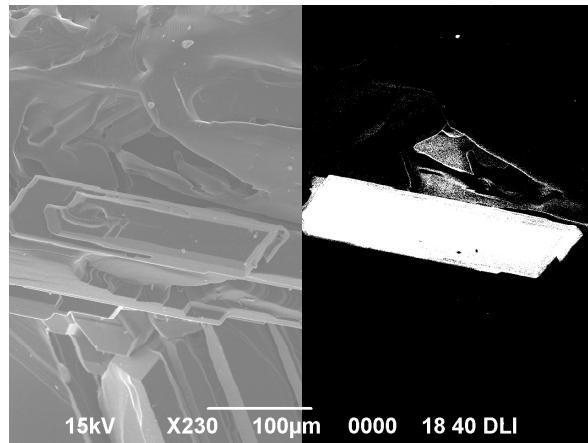


Рис. 4. Изображение микрокристаллического SiC в режимах вторичных электронов (слева) и катодолюминесценции (справа).

- [1] Adams, B.L., Wright, S.I., Kunze, K., Met. Trans., **24A**, 819 (1993).
- [2] Baba-Kishi, K.Z., J. Mater. Sci., **37**, 1715 (2002).
- [3] Feklisova, O.V., Yu, X., Yang, D., Yakimov, E.B., Phys. Status Solidi C **9**, 1942 (2012).
- [4] Феклисова, О.В., Ю, Х., Янг, Д., Якимов, Е.Б., Поверхность, № 11, 31 (2012).
- [5] Brantov, S.K., Eltzov, A.V., Feklisova, O.V., Yakimov, E.B., Solid State Phenomena, **156-158**, 473 (2010).
- [6] Brantov, S.K., Feklisova, O.V., Yakimov, E.B., Phys. Status Solidi C **8**, 1384 (2011).
- [7] Steinman, E.A., Yakimov, E.B., Filonov, K.N., Tereshchenko, A.N., J. Phys.: Conference Ser. **281**, 012019 (2011).
- [8] Lin, S., Chen, Z., Ba, Y., Yang, M., Li, L., Mater. Lett., **81**, 27 (2012).

**Доклады  
Шестого международного научного  
семинара**

## Автоматизация текстурных исследований на дифрактометрах ДРОН

С. С. Алалыкин, А. С. Алалыкин, П. Н. Крылов

Удмуртский государственный университет, 426034, г. Ижевск, ул. Университетская 1, корп.4  
fft@udsu.ru

В настоящее время все большую популярность в автоматизации систем отечественного и зарубежного производства приобретают специализированные вычислительные системы, разработанные для выполнения одной или нескольких функций. При работе с оборудованием в одном конструктиве системы представляют собой информационно-управляющие системы различного назначения, структурно объединяющие подсистемы сбора и обработки информации, вырабатывающие воздействия на дополнительные устройства и далее – на объект управления. Такие системы получили название встраиваемых систем. К ним предъявляется ряд специфических требований, в частности, обработка данных в режиме реального времени, высокая надежность, обеспечение микроминиатюризации, малое энергопотребление, работа в жестких условиях. Построение перестраиваемых систем автоматизации с минимальными материально-техническими затратами является актуальной задачей.

Согласно работе [1] встраиваемые микроэлектронные системы (микросистемы) могут быть классифицированы по трем важным признакам: конфигурации, назначению, применению. Несмотря на огромное разнообразие микросистем все они строятся на основе единых принципов. Каждая такая система в своем составе должна содержать устройство управления, выполненное на основе блока обработки данных (вычислителя). Все вычислители обязательно должны состоять из следующих функциональных блоков: центрального процессора (ЦП), запоминающего устройства (ЗУ), устройств ввода-вывода и межмодульных магистралей. В частности для управления подсистемами ДРОНа и получения информации о его состоянии микросистема в своем конструктиве должна содержать актуаторы и датчики.

В работе [2] представлена микросистема для управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-3М. Без физических изменений, только изменив микропрограммное обеспечение, реализующее все его функции, микросистему можно использовать дополнительно для управления приставкой ГП-14 на установке ДРОН-3М. Использование микросистемы позволяет проводить в автоматическом режиме полный комплекс структурных исследований. В качестве дополнительных датчиков и

актуаторов выступают транзисторные ключи и энкодеры.

Суть данной модернизации заключается в обеспечении автоматического управления совокупным перемещением и вращением образца, получении информации о положении образца относительно рентгеновского пучка как по  $\beta$ -, так и  $\theta$ -углу, а также  $\alpha$ -углу относительно луча самого пучка.

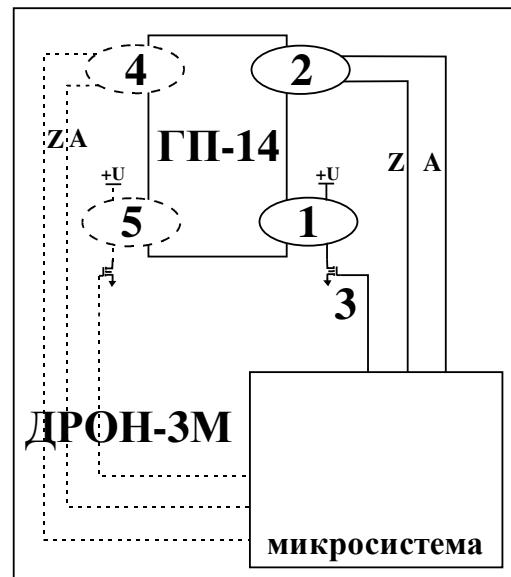


Рис. 1. Блок-схема модернизации ГП-14: 1 – двигатель ДПМ  $\beta$ -вращения, 2 – энкодер  $\beta$ -вращения, 3 – ключ включения  $\beta$ -вращения, 4 – энкодер  $\alpha$ -вращения, 5 – двигатель  $\alpha$ -вращения

На рис. 1. представлена блок-схема модернизации ГП-14. В качестве датчика угла поворота ГП-14 используется инкрементальный энкодер, с которого в микросистему подаются сигналы определения нуля (Z) и угла (A). В схему включения питания двигателя ДПМ приставки встроены дополнительный ключ, управляемый микросистемой в соответствии с прохождением датчика определенного угла. По углу  $\alpha$  установлен дополнительный двигатель с редукцией, а также, как и в случае с  $\beta$ -вращением, подключен инкрементальный энкодер.

Приставка является малоинерционной по включению и отключению вращения, поэтому дополнительных схем остановки с моментом не требуется, на ключи может быть подан ШИМ-сигнал для регулировки скорости вращения.

Величина угла, а также вращение по углу и остановка приставки ГП-14 полностью контролируются высокоскоростным ядром микросистемы, что обеспечивает высокую производительность всей системы и не нагружает первое вычислительное ядро. Также возможно задание одновременного перемещения по углу  $2\pi$  и/или  $\Theta$ -вращение приставки непрерывно или на определенный угол в зависимости от алгоритма.

Для управления оборудованием и получения информации, с учетом нового формата вывода данных и в связи с увеличением объема выдаваемой информации, разработаны программы, максимально упрощающие задание условий съемки, а также их последующий анализ.

Задание начальных условий для проведения эксперимента производится программой MathXShell комплекса SPR Components, обладающей дружественным к пользователю интерфейсом со стандартным исполнением меню и выделением функций.

Для анализа и обработки рентгенодифракционных спектров, полученных и предварительно обработанных с помощью микросистемы и программного обеспечения MathXShell, было разработано программное решение SPRView и SPRMath, составляющие два модуля системы SPR Components.

SPRView совмещен с программным модулем MathXShell по формату данных и позволяет отображать нормированный и не нормированный по времени экспозиции спектр с возможностью различного шага по углу в точках интереса.

SPRMath предназначен для комплексного восстановления профиля дифракционных спектров набором различных методов: устранение шума, интерполяционное разбиение, построение полиномиального тренда, выделение и вычитание фоновой кривой спектра. В программе применяются разработанные алгоритмы полиномиального и вейвлет-тренда с применением метода робастных оценок.

При восстановлении профиля устранение высокочастотных шумов осуществляется в дополнение к методу медианного сглаживания с применением метода робастных оценок для определения параметров регрессии. Это позволяет определить аберрантные точки в сигнале. Данная функция определения аберрантных точек имеется и в программе DIFFRAC.EVA немецкой фирмы Bruker, однако с другим подходом к определению этих точек. То же самое относится и к построению полиномиального тренда методом МНК с применением полиномов Чебышева. МНК-оценки при всех их достоинствах обладают одним существенным недостатком – неустойчивостью к грубым неадекватностям

данных. Особенно этим страдают нелинейные МНК-оценки. Эта неустойчивость имеет принципиальный характер: она есть следствие повышенной чувствительности интегральной квадратичной метрики к резко неоднородным разностям значений функций, взаимное расстояние которых эта метрика оценивает: сумма квадратов разностей двух функций будет минимальной при более или менее одинаковых значениях этих разностей. Отличительной особенностью построения фоновой кривой и полиномиального тренда является неограниченная степень и количество точек построения для таких кривых.

При построении Вейвлет-тренда определено, что данный тренд лучше сглаживает дифракционный спектр, если из спектра предварительно вычен фон и применена вейвлет функция типа Wave. Вероятной причиной данного вывода может служить высокая степень зашумленности исходного спектра при исследовании нанокристаллических образцов и большом времени экспозиции. В программе применяется обратное дискретно-непрерывное вейвлет-преобразование с использованием Wave-вейвлет функции. Диапазон «окна» и смещения вейвлет-преобразования дискретный, а его границы определяет пользователь. Поверхность вейвлет-коэффициентов для локального анализа в окне может быть учтена в последующих версиях программы.

В данной программе через меню «Инструменты» интегрирован поиск и разложение спектра на дублетные компоненты. При поиске функций дифракционных линий может быть выбрана любая функция из составной функции псевдо-Фойгта, как наиболее обобщенной из подбираемых. Присутствует возможность ручного удаления и добавления соответствующих функций компонент с автоматическим подстраиванием их параметров под описываемые линии. С целью определения физического уширения линии и определения ОКР в программу загружается функция эталона для определения аппаратного уширения.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 12-07-00562.

1. Некрасов В.В., Шаулов Г.А., Ковалев А.Ю. Автоматизация анализа. Спектрально-аналитические технологии //Электроника: Наука. Технология. Бизнес. 2002. №3. С.32-36.
2. Алалыкин С. С., Крылов П.Н. // ПТЭ. 2009. № 5. С. 160-161.

## Когерентная рентгеновская оптика отражающих объектов

И.А.Артюков<sup>1</sup>, А.В. Виноградов<sup>1</sup>, Н.Л.Попов<sup>1</sup>, Р.М.Фещенко

<sup>1</sup> Физический институт РАН, Ленинский проспект, 53, Москва  
e-mail: vinograd@sci.lebedev.ru

Разработка лабораторных рентгеновских лазеров и рентгеновских источников на основе ускорителей 3-го и 4-го поколений делает доступным когерентное рентгеновское излучение для широкого круга исследователей и множества приложений. Когерентное излучение позволяет использовать для безлинзового получения изображения метод восстановления фазы и довести разрешение до одной длины волны, снизить радиационную нагрузку на исследуемые образцы, получить дифракционную картину с субпикосекундной экспозицией и многое другое. Теоретические основы когерентной рентгеновской оптики, включая теорию распространения Френеля и метод восстановления фазы, хорошо разработаны и обычно применяются для прозрачных объектов. Однако, многие объекты непрозрачны и не могут быть изучены в режиме пропускания. Поэтому существует потребность развития методов когерентной рентгеновской оптики для режима отражения. Этой проблеме посвящена настоящая работа. Конкретно речь идёт об отражательной микроскопии, которая особенно актуальна для диапазона мягкого рентгеновского излучения, где уже работают лабораторные рентгеновские лазеры и лазеры на свободных электронах. Для моделирования задач отражательной рентгеновской микроскопии скользящего падения и построения оптических схем предлагается использовать параболическое волновое уравнение с начальными условиями, заданными на поверхностях произвольной формы и ориентации. Для объектов, расположенных на плоской подложке, можно исходить из известного точного решения параболического волнового уравнения, обобщающего интеграл Френеля. На основе этой формулы создана компьютерная программа, являющаяся основным инструментом метода моделирования изображений в отражённых когерентных пучках, получаемых с помощью оптических систем или же в безлинзовом варианте.

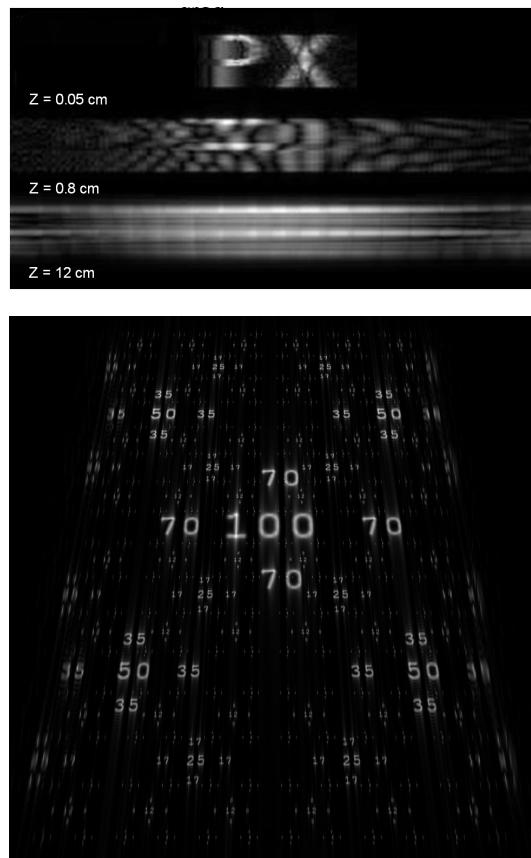
На первом рисунке показана дифракция на буквах, полученная при наклонном (под углом скольжения 2 градуса) освещении трафарета. Детектор расположен на различных расстояниях параллельно объекту.

В настоящее время, в рентгеновской оптике, как правило, приходится иметь дело с отражениями под малым углом, при том, что существующий метод получения изображений путём восстановления фазы волн разработан только для геометрии нормального падения пучка на прозрачный объект.

На следующем рисунке показано когерентное изображение 1 : 1 тестовой таблицы, получаемое с помощью тонкой линзы при освещении под углом

0.57 градусов. Высота числа «100» - 50 мкм, фокусное расстояние 0.1 см, числовая апертура NA = 0,2, длина волны излучения  $\lambda = 10$  нм. Результаты подобных расчётов можно использовать для оценки разрешения и поля зрения оптических схем отражательной рентгеновской микроскопии.

1. Artyukov, I. A., Popov, A. V., Vinogradov, A. V.: 'Wave field transformation at coherent imaging of a flat reflection mask', *Proc. SPIE*, 745114, 2009
2. Artyukov, I. A., Mitrofanov, A. N., Popov, A. V., Vinogradov, A. V.: 'Theory and computation towards coherent reflection imaging of tilted objects', *X-ray Lasers 2010: Proceedings of the 12th International Conference on X-ray Lasers*, Springer-Verlag, Berlin & Heidelberg, 329-340, 2010
3. Artyukov, I. A., Mikhailov, S. I., Popov, N.L., Vinogradov, A. V.: 'Theoretical study of coherent reflection imaging at grazing angles', *Proc. SPIE*, 81400V, 2011
4. Artyukov, I. A., Vinogradov, A. V., Popov, N.L., Sleznev, V.N.: 'Simulation of grazing-incidence coherent imaging', *Quantum Electronics*, 42,2,140-142, 2012



# РЕНТГЕНОВСКАЯ АБСОРБЦИОННАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ С ЭЛЕМЕНТАМИ ФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ ТОМОГРАФИИ В ИЗУЧЕНИИ СТРОЕНИЯ КОСТНОЙ ТКАНИ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ ИСТОЧНИКОВ.

<sup>1</sup>В.Е.Асадчиков, <sup>1</sup>А.В. Бузмаков, <sup>2</sup>В.И. Гулимова, <sup>1</sup>Д.А. Золотов,  
<sup>1</sup>А.С. Орехов, <sup>3</sup>К.М. Подурец, <sup>2</sup>С.В. Савельев, <sup>3</sup>Р.А. Сенин, <sup>1</sup>А.Ю. Серегин,  
<sup>1</sup>Е.Ю. Терещенко, <sup>4</sup>М.В. Чукалина.

<sup>1</sup>ФГБУН Институт кристаллографии им А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр. 59

<sup>2</sup>ФГБУ НИИ Морфологии человека РАМН, 117418, Москва, ул. Цюрупы, 3

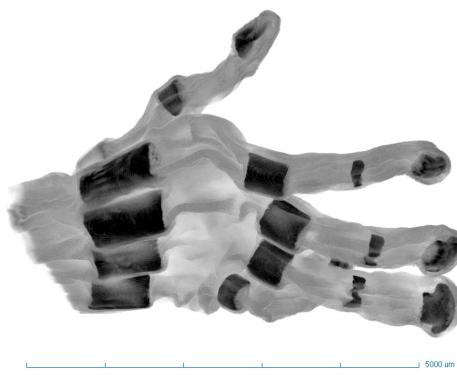
<sup>3</sup>Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт" 123182 Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1.

<sup>4</sup>ФГБУН Институт проблем проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6

В работе изучены особенности строения ряда костей гекконов, перенесших условия микрогравитации в сравнении с контрольной группой тех же животных, остававшихся в земных условиях. Кроме того были исследованы элементы костной ткани верхних конечностей эмбрионов и плодов человека. Исследования проводились методами рентгеновской абсорбционной микротомографии, рентгено-флуоресцентного анализа и электронной микроскопии. Полученные результаты показывают, что в костных тканях присутствует целый ряд различных элементов, от серы до свинца, включая Cu, Fe, Br, Sr. Установлено, что тяжелые элементы для обоих типов образцов костной ткани сосредоточены в местах наибольшей плотности. Выявлено, что пребывание в невесомости приводит к изменению в соотношениях элементного состава костей геккона.

В работе впервые установлены независимое первичное отложение кальция и последующая оссификация фаланг пальцев кисти руки человека. Показано, что кости пястья и запястья начинают накапливать элементы матрикса на несколько недель позже, чем фаланги дифференцирующихся пальцев и кости предплечья. Обнаружено новое морфогенетическое явление накопления кальция

и фосфора в зонах формирования дистальных фаланг и ногтевого ложа пальцев. Анализ динамики развития кисти конечности человека показал, что вне зон формирования внеклеточного матрикса существуют ранее неизвестные образования прогностирующие направление дифференцировки остеобластов. Эти данные подтверждены в результате применения локального рентгенофлюоресцентного анализа, что требует дальнейших исследований.



Проекция ладони человеческого эмбриона по данным рентгеновской микротомографии.

Особый интерес вызывают полученные результаты, свидетельствующие о том, что элементный состав костной ткани верхних конечностей эмбрионов человека весьма близок к составу костной ткани гекконов. Такое наблюдение делает актуальным проведение

дальнейших тщательных исследований образцов костной ткани как методами рентгеновской микротомографии, так и с помощью рентгенофлуоресцентного анализа.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ-11-02-12110-офи-м-2011, часть работы выполнена на оборудовании центра коллективного пользования ИК РАН и центра коллективного пользования "Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий" в рамках государственного контракта №16.552.11.7003.

# РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКУТУР НА ОСНОВЕ ОКСИДА МАГНИЯ

В.Е. Асадчиков<sup>1)</sup>, Ю.О. Волков<sup>1)</sup>, И.В. Кожевников<sup>1)</sup>,  
Б. Ландграф<sup>2)</sup>, А.Э. Муслимов<sup>1)</sup>, Б.С. Рошин<sup>1)</sup>, Т. Слободский<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,  
119333, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский пр., 59.

<sup>2)</sup> Гамбургский Университет,  
10148, Германия, г. Гамбург, Миттельвиг, 177.  
e-mail: ross@crys.ras.ru

Ключевой проблемой практического применения микроэлектронных устройств, имеющих в основе принципа работы эффект спиновой инжекции [1], является повышение эффективности спиновой инжекции носителей заряда из ферромагнитных инжекторов в полупроводник.

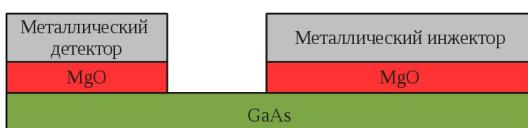


Рис.1. Схематическое изображение транзистора со спиновой инжекцией и детекцией.

В ряде случаев отмечено повышение эффективности спиновой инжекции при создании на границе раздела металл-полупроводник туннельного барьера на основе нанослоев MgO [2,3]. Туннельный барьер позволяет скомпенсировать отличие в проводимости между ферромагнетиком и полупроводником [4,5]. Степень совершенства нанослоя MgO туннельного барьера существенно влияет на параметры полупроводникового спинового прибора.

Задачами настоящего исследования являются определение структурного совершенства получаемых покрытий, а также морфологии поверхности. В работе применен комплексный подход, сочетающий методы рентгеновской рефлексометрии и рассеяния в скользящем падении, а также атомно-силовую микроскопию. Нами отмечено, что при использовании кремниевых подложек, начальные стадии роста покрытий оксида магния носят островковый характер (рис. 2).

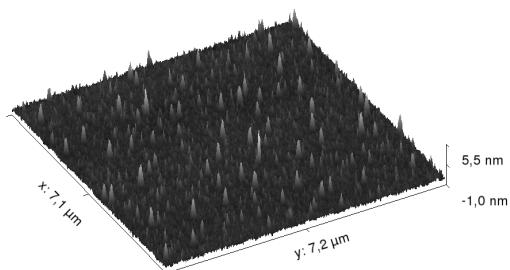


Рис. 2. Атомно-силовое изображение островков MgO на кремниевой подложке.

Подготовка подложек арсенида галлия заключалась в предварительной десорбции с их поверхности мышьяка и последующим нанесении буферного слоя арсенида галлия толщиной 300 нм. Процесс нанесения буферного слоя осуществлялся в камере молекулярно-лучевой эпитаксии Riber 32, входящей в состав ультравысоковакуумного кластера, в котором реализованы последующие стадии приготовления образцов. Нанесение оксида магния проводилось без нагревания подложки и без дополнительного напуска кислорода. В качестве источника были использованы гранулы MgO, нагреваемые электронным пучком. Давление при напылении составляло  $4 \cdot 10^{-7}$  мБар. Скорость роста отслеживалась с помощью кварцевых пьезовесов.

Как следует из полученных в эксперименте кривых отражения (рис. 3), при увеличении времени напыления, покрытие MgO становится сплошным.

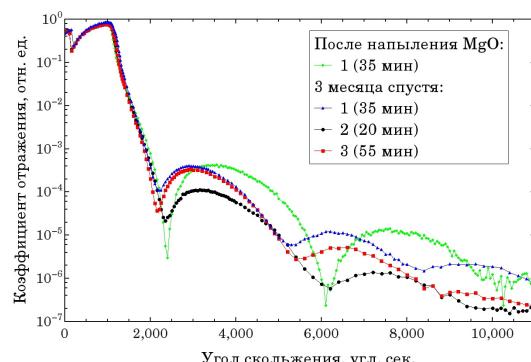


Рис. 3. Экспериментальные угловые зависимости коэффициентов отражения от образцов нанопокрытий MgO (в скобках указано время напыления покрытия).

Предварительная оценка толщины покрытия приводит к значениям от 3,8 до 6,5 нм, в зависимости от времени напыления. Существенное изменение кривой отражения спустя 3 месяца после напыления, кроме адсорбции углеводородов из атмосферы, может свидетельствовать о процессах продолжающегося медленного окисления магния в нанесенной пленке, а также возможной взаимодиффузии на границе пленка-подложка.

Для исследования таких пленок, становится возможным провести расчет функций спектральной плотности мощности рельефа

поверхности (PSD-функции) по данным, полученным разными методами. PSD-функция представляет достаточно полное статистическое описание рельефа поверхности с учетом диапазона пространственных частот, где проводится измерение. Анализ таких функций дает возможность наиболее адекватного сопоставления данных рентгеновского рассеяния и атомно-силовой микроскопии [6].

Для оценки параметров шероховатости поверхности проведены измерения угловых зависимостей рассеянного излучения при угле скольжения 0,25 градусов. Полученные зависимости представлены на рис. 4.

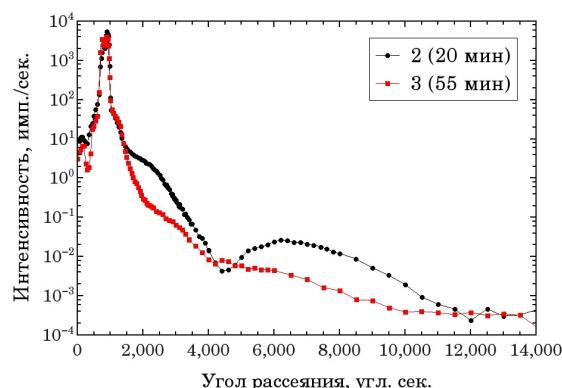


Рис. 4. Экспериментальные индикаторы рассеяния от образцов нанопокрытий MgO.

Заметные осцилляции на кривой рассеяния от образца с более тонким покрытием свидетельствуют о том, что в эксперименте регистрировалось излучение, рассеянное не только внешней поверхностью, но и границей раздела пленка-подложка. PSD-функция для образца с покрытием, имеющим наибольшую толщину из исследованных, представлена на рис. 5.

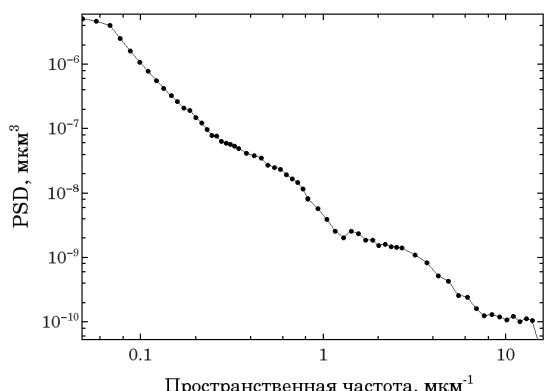


Рис. 5. Функция спектральной плотности мощности рельефа поверхности образца покрытия MgO толщиной 6,5 нм.

Оценка шероховатости его внешней поверхности составила 0,47 нм.

Следует отметить, что для характеристизации обеих границ раздела необходимо проводить серию измерений при различных углах скольжения.

Таким образом, в работе комплексом рентгеновских методов, дополненных атомно-силовой микроскопией, проведены исследования тестовых структур, включающих слои оксида магния наноразмерной толщины, рассматриваемые как перспективные материалы для создания контактов в приборах со спиновой инжекцией.

Работа выполнена в рамках трехстороннего проекта ERA.Net RUS №221 “Nanostructured MgO tunnel barrier for metal-semiconductor spin injection”.

- [1]. Johnson, M., Silsbee R.H., Phys. Rev. Lett., **55**, 1790 (1985).
- [2]. Jiang, X. et al., Phys. Rev. Lett., **94**, 56601 (2005).
- [3]. Park, Y.J. et al., Journal of Physics: Condensed Matter, **23**, 116002 (2011).
- [4]. Schmidt G., Ferrand D., Molenkamp L.W. et al., Phys. Rev. B, **62**, R4790 (2000).
- [5]. Rashba E.I., Phys. Rev. B, **62**, R16267, (2000).
- [6]. Асадчиков, Б.Е., Кожевников, И.В., Кривоносов, Ю.С., Кристаллография, **48**, 897 (2003).

# ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА РАЗРЕШЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОТОМОГРАФИИ: ОТ ОПТИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ДО АЛГОРИТМОВ РЕКОНСТРУКЦИИ

<sup>1</sup>А.В. Бузмаков, <sup>1</sup>Д.А. Золотов, <sup>1</sup>И.В. Якимчук, <sup>1</sup>В.Е. Прун,  
<sup>1</sup>В.Е. Асадчиков, <sup>2</sup>М.В. Чукалина

<sup>1</sup> ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр. 59

<sup>2</sup> ФГБУН Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6

Томография является методом, позволяющим изучать структуру объекта по набору его изображений (проекций). В традиционной рентгеновской томографии восстанавливается трехмерное распределение линейного коэффициента поглощения объекта. По своей сути томографическая реконструкция является обращением преобразования Радона. Ранее авторами предлагалась новая модификация алгебраического метода томографической реконструкции, с добавлением этапа нелинейной фильтрации для слушаю традиционной абсорбционной томографии [1]. Мы также применили томографические алгоритмы для обработки результатов, полученными другими рентгеновскими изображающими методами.

Первый метод - дифракционный, позволяющий изучать кристаллическую структуру объекта. Нами показано, что при анализе набора дифракционных изображений объекта можно построить трехмерную картину отражающих свойств кристалла [2].

Другой метод - метод "шепчущей галереи", использующий эффект полного внешнего отражения. Этот эффект зачастую используется, для транспортировки рентгеновских пучков. Однако использование техники томографии позволяет построить двумерную карту областей нарушенного отражения сферической поверхности [3].

Применение алгоритмов названного семейства для обработки данных различных экспериментов позволяет лучше учитывать особенности восстановления и бороться с артефактами реконструкции.

В данной работе проведен анализ влияния параметров проведения эксперимента (параметры оптической схемы, соотношение "сигнал-шум" в получаемых проекциях, количество получаемых проекций) на результат реконструкции в различных экспериментах на лабораторных и синхротронных источниках.

Например, при использовании увеличивающих рентгенооптических элементов

для достижения высокого разрешения, поток рентгеновских квантов в один чувствительный элемент уменьшается, как квадрат коэффициента увеличения. В связи с этим уменьшается также соотношение «сигнал-шум» и как следствие контрастность получаемых рентгеновских изображений. Однако качество получаемой томографической реконструкции зависит также и от числа получаемых рентгеновских проекций. Т.о. следует искать оптимум, между качеством одной проекции и количеством проекций. Этот выбор можно сделать на основании свойств выбранного математического алгоритма реконструкции, который таким образом становится важной частью самого томографического эксперимента.

Следует отметить, что выбранный нами алгебраический метод реконструкции почти лишен радиальных артефактов, которые неизбежно возникают при использовании метода свёртки и обратного проецирования. Кроме того, его гибкость позволяет легко адаптировать его к различным схемам проведения томографических исследований.

[1] Чукалина М.В., Бузмаков А.В., Николаев Д.П., Чуличков А.И., Каримов М.Г., Расулов Г.А., Сенин Р.А., Асадчиков В.Е. "Рентгеновская микротомография на лабораторном источнике: техника измерений и сравнение алгоритмов реконструкции." // Измерительная техника, №2, 2008 г., стр. 19-24

[2] Д. А. Золотов, А. В. Бузмаков, В. Е. Асадчиков, А. Э. Волошин, В. Н. Шкурко, И. С. Смирнов. Исследование внутренней структуры монокристалла фторида лития методом рентгеновской топо-томографии в лабораторных условиях. // Кристаллография. 2011. т. 56. № 3. с. 426–430.

[3] Якимчук И.В., Бузмаков А.В., Андреев А.В., Асадчиков В.Е., «Рентгеновское томографическое изображение депозита на сферической поверхности» // Письма в ЖЭТФ, 2011, т.94, в.9 5. с.738-741

# ПОГАСАНИЕ КОНТРАСТА РОЗЕТОК ИНТЕНСИВНОСТИ ОТ КРАЕВЫХ И СМЕШАННЫХ ДИСЛОКАЦИЙ

А.Н. Буйлов, А.О. Окунев

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, ул. Б. Санкт-Петербургская, 41,  
173003 Великий Новгород, Россия  
e-mail: aleksey\_builov@mail.ru

В статье анализируется топографический контраст от краевых и смешанных дислокаций в кристалле арсенида галлия, полученный с помощью метода аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ) (эффекта Бормана [1]) в виде розеток интенсивности и других изображений. По розеткам интенсивности проведена идентификация выявленных дислокаций. Дислокации в некоторых отражениях не формируют полноценные розетки интенсивности, и контраст от них настолько слаб, что затрудняет выявление самих дислокаций. Выполнен подбор условий съемка для выявления деталей слабого контраста. Определенным характеристикам дислокаций сопоставляются особенности контраста и обсуждаются полученные результаты.

Известно, что в методе АПРЛ топографический контраст от дислокаций часто фиксируется как линии или конусы двойного или тройного контраста.

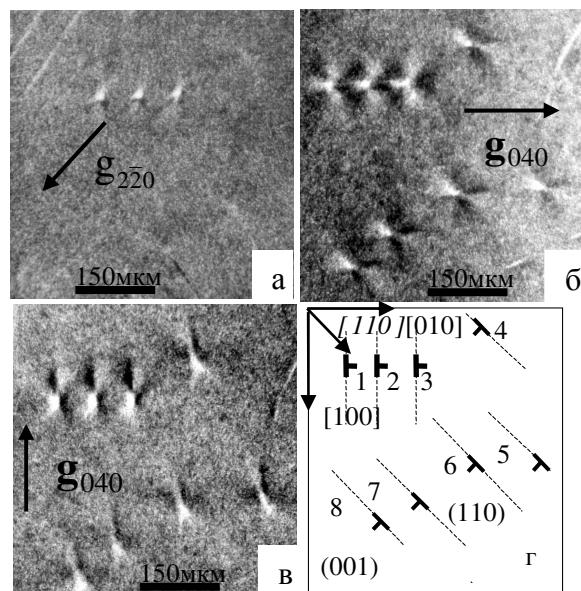


Рис.1 Позитивные топограммы одного и того же участка пластины (001) GaAs, полученные методом АПРЛ в отраженном пучке (а,б,в); схема расположения дислокаций в кристалле (г).

При совпадении осей дислокаций с направлением вектора Пойнтинга на топограмме регистрируются черно-белые розетки интенсивности, отображающие поля смещений атомов вокруг дислокаций, как в объеме, так и вблизи свободной поверхности кристалла [2-5] (рис.1).

В общем случае тип и мощность дислокации, положение ее оси, плоскости скольжения, экстраплоскости, направление и знак вектора Бюргерса определялись по форме, профилю, размеру и контрасту розетки или исходя из критерия максимального ослабления контраста в одном из отражений [6,9].

С помощью метода АПРЛ исследовался монокристалл GaAs, выращенный методом Чохральского в направлении  $/001/$ , легированный индием, со средней плотностью дислокаций  $N_D = 1 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ . Центральная часть слитка содержала малодислокационные и бездислокационные области. Образцы для исследования в виде плоскопараллельных пластин (001) имели толщину около 280 мкм. Для таких пластин в условиях эксперимента критерий  $\mu t \approx 12$ , что соответствовало в динамической теории рассеяния рентгеновских лучей приближению "толстого" кристалла. Здесь ( $\mu$ ) есть линейный коэффициент поглощения рентгеновских лучей ( $\text{см}^{-1}$ ), а ( $t$ ) – толщина кристалла (см). В этом случае от дефектов в объеме кристалла на топограммах формировались дифракционные изображения в условиях эффекта Бормана. В эксперименте было использовано характеристическое  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение и отражения от систем плоскостей типа 220, 400, 440. Применение отражений 400, 440 позволило повысить чувствительность, информативность, достоверность метода и регистрируемость дислокаций за счет увеличения размеров и лучшей проработки деталей контраста изображений от дефектов.

На топограммах (б,в) рисунка 1 зафиксированы розетки интенсивности от дефектов 1-8. На топограмме (а) розетки 4-8 отсутствуют. Идентификация дислокаций выполнена аналогично подходу, использованному в ряде работ для элементарных полупроводников кремния [2] и германия [3], карбида кремния [6], арсенида галлия [7-8]. На схеме (г) показано расположение в кристалле расшифрованных как дислокаций дефектов 1-8 в виде условных знаков краевых дислокаций ( $\perp$ ). Поскольку дислокации 1-8 идентифицированы как краевые с осями, близкими к направлению роста кристалла  $[001]$ , то их следует считать ростовыми дислокациями. Основные характеристики этих краевых дислокаций приведены в табл.1.

Дислокации (4-8) были предсказаны еще Хорнстрой [9] и Хольтом [10], но «розеточной» методикой в структуре сфалерита другими авторами, по-видимому, не исследовались.

Таблица 1

Рис. №	№ дислокации	Вектор Бюргерса	Плоскость скольжения	Экстраплоскость или ось
1	1,2, 3	$\vec{b}_1 = \vec{b}_2 = \vec{b}_3 = a[\bar{I}10]$	(010)	(\bar{I}10)
1	4-8	$\vec{b}_4 = \vec{b}_5 = \vec{b}_6 = \vec{b}_7 = \vec{b}_8 = a/2[110]$	(\bar{I}10)	(110)
2	2	$\vec{b} = a[0\bar{I}0]$	(100)	(010)
2	1	$\vec{b} = a/2[0\bar{I}\bar{I}]$	(\bar{I}\bar{I}1)	ось [\bar{I}12]
2ж		$\vec{b} = a/2[011]$	(\bar{I}\bar{I}1)	ось [121]

Дислокации 4-8 на рисунке 1а, для которых выполняется условие  $gb=0$ , практически не сформировали розеток и контраст от них близок к контрасту от неискаженной области кристалла. Эффект погасания контраста розеток интенсивности от краевых дислокаций в кристаллах со структурой алмаза [2-5] и кристаллах карбида кремния с гексагональной структурой [6] не наблюдался. Погасание контраста розеток, обнаруженное для кристаллов со структурой сфalerита для краевых дислокаций  $\text{VIII}$ - типа по классификации Хорнстра [9] при выполнении условия  $gb=0$ , связано с величиной смещений атомов вокруг дислокаций, и имеет дифракционную природу. Вектор дифракции  $\vec{g}_{2\bar{2}0}$  перпендикулярен отражающим плоскостям  $(2\bar{2}0)$ , содержащим равное число атомов галлия и мышьяка. Но атомы обоих типов, смещенные из узлов кристаллической решетки, под действием рентгеновской волны в условиях съемки колеблются в противофазе и их излучения практически гасят друг друга. При отклонении линий дислокаций 4-8 от направления пучка на угол около 10 градусов наблюдалось усиление контраста от дислокаций. При этом изображение от любой дислокации 4-8 представляло собой розетку, подобную экспериментальным розеткам 1-3 на рис. 3 (б).

Погасание контраста розеток при выполнении условия  $gb=0$  для дислокаций с большим вектором Бюргерса (рис. 3б, розетки 1-3) не наблюдалось. Проявляется ли эффект погасания розеточного контраста для других типов дислокаций? На рисунке 2 на топограммах (а,б,в,г) показаны два дефекта, сформировавших различные изображения в разных отражениях. Дефект 1 определен как смешанная дислокация, а дефект 2 – как краевая дислокация с вектором Бюргерса  $\vec{b} = a[0\bar{I}0]$ , плоскостью скольжения (100) и экстраполуплоскостью (010).

На топограмме 2а изображение дефекта 1 имеет форму наконечника копья, разрезанного вдоль лезвия пополам. На топограмме 2б нет

никакого изображения дефекта 1. На топограммах 2(в,г) хорошо видно, что от дефекта 1 для двух различных отражений сформировались двухлепестковые розетки интенсивности различного вида. При использовании подхода, примененного в работе [11], по розеткам интенсивности данный дефект был идентифицирован как 30-градусная дислокация левовинтового типа с вектором Бюргерса  $\vec{b} = a/2[0\bar{I}\bar{I}]$ , плоскостью скольжения ( $\bar{I}\bar{I}1$ ) и осью [ $\bar{I}12$ ].

На топограмме 2б розетка от дислокации 1 отсутствует. Проведение кососимметричных съемок, при которых положение образца и оси дислокации 1 изменилось на 10 градусов, выявило двухлепестковую розетку от дислокации 1 (рис.2д). Изменение угла между направлением пучка и осью дислокации 1 нарушило условие минимума дифракции рентгеновских лучей для поля смещений атомов галлия и мышьяка вокруг дислокации. Здесь проявились аналогичные закономерности погасания розеточного контраста и его усиления, выявленные для краевых дислокаций  $\text{VIII}$ - типа. Из выполнения условия максимального погасания контраста следует, что вектор Бюргерса дислокации 1 перпендикулярен вектору дифракции. Этому условию, как показал анализ, наилучшим образом удовлетворяет минимальный вектор Бюргерса  $\vec{b} = a/2[0\bar{I}\bar{I}]$ . Дислокации с вектором Бюргерса  $\vec{b} = a <100>$  здесь не рассматриваем из-за простого факта отсутствия более крупных двухлепестковых розеток.

На топограмме 2а изображение 1 не имеет двухлепестковой розетки, а на топограмме 2ж подобные изображения, выделенные прямоугольником, зафиксированы с двухлепестковыми мелкими розетками. Эти розетки расположены со стороны более широких концов копьевидных изображений, соответствующих местам выхода дислокаций на поверхность образца (001). Указанные дислокации определены как 30-градусные с векторами Бюргерса

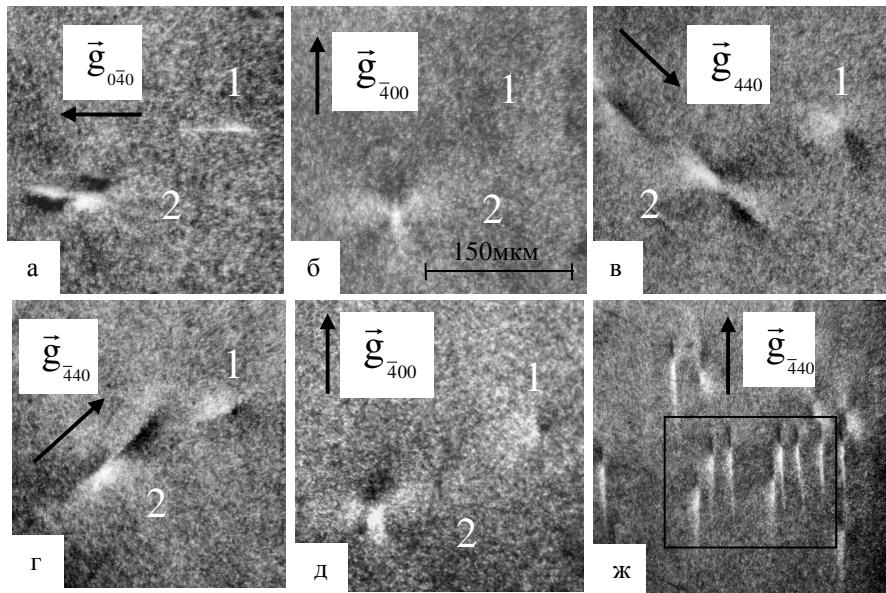


Рис. 2. Топографические изображения 30-градусной дислокации (цифра 1) и краевой дислокации (цифра 2) на позитивных топограммах (а, б, в, г, д). Группа смешанных дислокаций на позитивной топограмме (ж). Масштабная метка одинакова для всех топограмм.

$\vec{b} = a/2[011]$ , плоскостями скольжения  $(1\bar{1}\bar{1})$  и осями  $[12\bar{1}]$ . Для изображения 1 в отражении  $(\bar{4}00)$  (рис.2а) винтовая составляющая вектора Бюргерса показывает смещения атомов галлия и мышьяка вдоль оси дислокации, а значит и в направлении, перпендикулярном вектору дифракции, атомы обоих типов под действием рентгеновской волны колеблются и излучают в противофазе, обеспечивая гашение контраста двухлепестковой розетки.

В данной работе исследовались разные типы дислокаций, перпендикулярных и наклонных к поверхности кристалла (001) GaAs по топографическим розеткам и другим изображениям. Изучены условия, когда от этих дислокаций на топограммах не формируются розетки интенсивности и регистрация дислокаций затруднена, а также условия, при которых розетки все же выявляются. Полученные данные могут быть полезны в подобных исследованиях для других материалов и излучений.

#### Список литературы

1. Borrmann G., Hartwig W., Irmler H. // Zs. Naturforsch. 1958. № 13a. S. 423.
2. Данильчук Л.Н., Смородина Т.А. // ФТТ. 1965. Т. 7. № 4. С. 1245.
3. Данильчук Л.Н. // ФТТ. 1969. Т. 11. № 11. С. 2085.
4. Данильчук Л.Н. Бормановская рентгеновская топография дефектов с медленно изменяющимися полями деформаций: Дис. ... д-ра физико-математических наук: 01.04.07. Киев: ИМФ АН Украины, 1992. 361 с.
5. Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О. и др. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2002. Т.68. № 11. С. 24.
6. Окунев А.О. Рентгенотопографический анализ дефектов структуры монокристаллического карбида кремния. - Дис. на соискание уч. степени канд. физ.- мат. наук. - Новгород, 1999. - 263с.
7. Буйлов А.Н., Данильчук Л.Н. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. Вып. 18. С. 24.
8. Буйлов А.Н., Данильчук, Окунев А.О. // Поверхность. № 1. 2004. с. 25-31.
9. Хорнстра Дж. // Дефекты в кристаллах полупроводников. М.: Мир, 1969. С. 15.
10. Холт Д.Б. // Дефекты в кристаллах полупроводников. М.: Мир, 1969. С. 100-118.
11. Буйлов А.Н. Исследование структурных дефектов монокристаллического арсенида галлия рентгенотопографическим методом на основе эффекта Бормана. - Дис. на соискание уч. степени канд. физ.- мат. наук. - Санкт-Петербург, 2002. - 242с.

# ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОВОГО САМОВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИФРАКЦИЮ МОЩНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИМПУЛЬСОВ

В. А. Бушуев

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119992 Москва, Россия  
e-mail: vabushuev@yandex.ru

**Аннотация.** На основе решения уравнения теплопроводности проанализировано пространственное распределение температуры кристалла в зависимости от времени под действием мощных импульсов рентгеновского лазера на свободных электронах (РЛСЭ). Рассмотрено влияние температуры и деформации кристаллической решетки на пространственно-временные и интегральные интенсивности дифракционного отражения и прохождения импульсов РЛСЭ на примере кристаллов синтетического алмаза.

## 1. Введение

Излучение Европейского РЛСЭ в Гамбурге будет представлять собой импульсы с длиной волны  $\lambda \sim 0.05\text{-}0.16$  нм, длительностью  $\tau_p \sim 10\text{-}100$  фс и расходимостью  $\sim 1\text{-}3$  мкрад. Импульсы сгруппированы в пачки длительностью  $\tau_b = 600$  мкс, в каждой пачке 2700 импульсов, частота повторения пачек 10 Гц, в каждом импульсе  $N \sim (0.1\div20) \cdot 10^{11}$  фотонов [1]. Импульсы характеризуются практически полной пространственной когерентностью и крайне низкой временнóй когерентностью с временем  $\tau_c \sim 0.1\text{-}0.3$  фс  $\ll \tau_p$ , что приводит к ширине спектра  $\Delta E/E \sim 10^{-3}$ . Дифракция импульсов РЛСЭ в кристаллах и многослойных структурах с целью их монохроматизации до уровня  $\Delta E/E \sim 10^{-4}\text{-}10^{-5}$  и повышения степени временнóй когерентности рассматривалась в [2-6].

Энергии импульсов в каналах SASE 1, 2 в зависимости от величины заряда бандей составляют  $20\div2500$  мкДж [1], что приведет к средним потокам энергии  $60 \text{ Вт}/\text{см}^2$  -  $80 \text{ кВт}/\text{см}^2$  в месте расположения первых элементов рентгеновской оптики на расстоянии 500-800 м от ондулятора. Высокая яркость излучения РЛСЭ, которая на 9-10 порядков превышает яркость источников синхротронного излучения 3-го поколения, приводит к существенному возрастанию тепловой нагрузки на кристаллы, зеркала и многослойные структуры в системах монохроматизации и линиях задержки. Неоднородное в пространстве и нестационарное во времени тепловыделение в кристаллах негативным образом влияет на дифракцию мощных импульсов РЛСЭ [5], а также может серьезным образом осложнить реализацию режима self-seeding (“самопосев”) [6] для повышения степени временнóй когерентности при помещении тонкого кристалла в схеме брэгговского прохождения в промежуток между двумя секциями ондуляторов РЛСЭ.

В настоящей работе более детально, чем в [5], проведен учет граничных условий при решении уравнения теплопроводности, а также проведен расчет влияния неоднородного и нестационарного температурного поля в кристалле на спектрально-временные характеристики отраженных и прошедших импульсов. Показано, что при использовании кристаллов алмаза с толщиной 50-150 мкм, с низкой начальной температурой (100-200 К) и на достаточно больших расстояниях  $z$  от ондулятора в режиме работы РЛСЭ с зарядом бандей 0.02-0.2 нК спектральная ширина дифрагированных импульсов может достигать значений, которые лишь на 10-50% превышают ширину дифракционного отражения от совершенного монокристалла.

## 2. Теория

Падающие импульсы с интенсивностью  $I_{in}(\mathbf{r}, z, t)$  приводят к неоднородному распределению температуры кристалла  $T(\mathbf{r}, t)$ . Введем следующие параметры, характеризующие влияние тепловой нагрузки на нагрев кристалла и дифракцию импульсов: 1) критическая температура  $\Delta T_c = \Delta\theta_B \operatorname{ctg}\theta_B / 2\alpha_T$ , которая определяет разность температур разных точках кристалла, при которой локальный угол Брэгга  $\theta_B$  смещается на величину  $\Delta\theta_B/2$ , где  $\Delta\theta_B$  – ширина области “сильного” дифракционного отражения,  $\alpha_T$  – температурный коэффициент линейного расширения; 2)  $\Delta T_1 = \mu Q_p / (\pi c_p \rho r_1^2)$  – температура нагрева под действием одного импульса, где  $\mu$  – коэффициент поглощения,  $Q_p = \hbar\omega N$  – энергия импульса,  $c_p$  – удельная теплоемкость,  $\rho$  – плотность,  $r_1 \approx 0.6r_p$ ,  $r_p$  – поперечный размер импульса на половине высоты в месте расположения кристалла на расстоянии  $z$  от выходного окна ондулятора; 3)  $\tau_T = r_1^2 c_p \rho / 4k$  – характерное время расплывания температуры из-за теплообмена, где  $k$  – теплопроводность.

Расчеты ниже проводились для симметричного отражения (400) от кристалла алмаза типа IIa в геометрии Брэгга ( $\lambda_0 = 0.15$  нм,  $\theta_B = 57.451^\circ$ ,  $\Delta\theta_B = 11.89$  мкрад,  $\mu = 18.57 \text{ см}^{-1}$ , толщина кристалла  $l = 100$  мкм, поперечный размер  $L = 5$  мм). Резкая зависимость термодинамических параметров  $\alpha_T$ ,  $c_p$  и  $k$  от температуры (рис. 1-3), а также зависимость размера импульса  $r_p$  от расстояния  $z$  приводит к чрезвычайно большому разбросу величин  $\Delta T_c$ ,  $\Delta T_1$  и  $\tau_T$ .

Весьма положительным является тот факт,

что при низких температурах коэффициент линейного расширения алмаза  $\alpha_T$  мал (рис. 1), а теплопроводность к велика (рис. 3) (она, кстати, превышает теплопроводность меди в 4-14 раз [7, 8]). По этой причине величина критической температуры  $\Delta T_c$  большая (рис. 1) и, следовательно, в процессе дифракции будет участвовать большая часть поверхности кристалла, освещенная падающими импульсами.

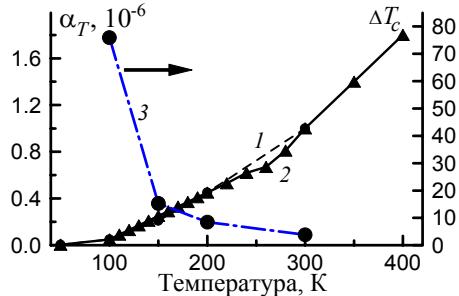


Рис. 1. Температурная зависимость коэффициента расширения  $\alpha_T$  (1 [7], 2 [8], левая шкала) и критической температуры  $\Delta T_c$  (3, правая шкала).

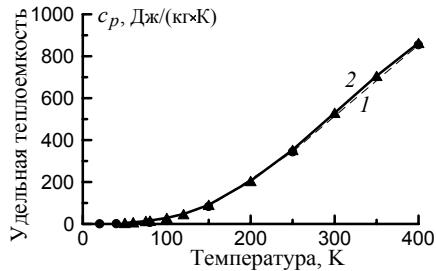


Рис. 2. Зависимость теплоемкости алмаза от температуры по данным [7] (кривая 1) и [8] (2).

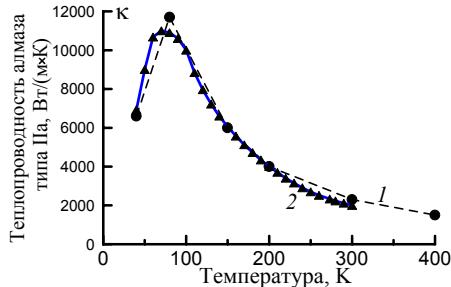


Рис. 3. Зависимость теплопроводности алмаза типа Па от температуры (кривая 1 - [7], 2 - [8]).

Кроме того, большие значения теплопроводности приводят к более быстрому теплообмену и к остынию кристалла в интервалах 0.1 с между пачками (тиpичные значения  $\tau_T \sim 1-10$  мкс при  $T \sim 100-150$  К, что много больше интервала 0.22 мкс между импульсами в пачке). Однако, малые значения теплоемкости  $c_p$  при низких температурах (рис. 2) могут привести к чрезмерно большим значениям температуры нагрева  $\Delta T_1$ . Следует также учитывать, что с увеличением расстояния  $z$  величина  $\Delta T_1$  уменьшается как  $1/r_1^2$ , но одновременно с этим пропорционально  $r_1^2$  увеличивается время теплообмена. Отсюда следует вывод, что необходимо выбирать низкие

начальные температуры кристалла и имеются некие оптимальные расстояния  $z$  от ондулятора до кристалла.

Пространственно-временное распределение температуры  $T(\mathbf{r}, t)$  определяется из параболического уравнения теплопроводности

$$c_p \rho (\partial T / \partial t) = \text{div}(\kappa \cdot \text{grad} T) + F, \quad (1)$$

где  $F(\mathbf{r}, t)$  – плотность тепловых источников. Температура в (1) отсчитывается от начальной температуры  $T_0(x, y, 0) = \text{const}$ . Считается, что доля поглощенной энергии  $\eta = \mu l / \gamma_0 \ll 1$ , где  $\gamma_0 = \cos \theta$ ,  $\theta$  – угол падения импульса. Для импульсов с гауссовой формой плотность источников  $F(x, y, t) = \eta (\gamma_0 Q_p / \pi l r_1^2) g_x g_y f(t)$ , где

$$g_x = \exp(-x^2 / r_x^2), \quad g_y = \exp(-y^2 / r_y^2), \quad (2)$$

$$f(t) = (1 / \pi^{1/2} \tau_0) \sum_{j=1}^p \exp[-(t - t_j)^2 / \tau_0^2]. \quad (3)$$

Здесь  $r_x = r_1 / \gamma_0$ ,  $r_y = r_1$ ,  $t_j$  – моменты времени падения импульсов на кристалл. На расстоянии  $z$  от РЛСЭ  $r_p = r_s M$ , где  $r_s$  – радиус импульса на выходе из ондулятора,  $M = [(1 + \alpha_s D)^2 + D^2]^{1/2}$ ,  $D = \lambda z / (2.26 r_s^2)$ , параметр  $\alpha_s$  характеризует искривление волнового фронта импульса в плоскости  $z = 0$  [3, 4]. Из данных в [1] следует, что при  $z \sim 500-800$  м поперечные размеры импульсов  $r_p \sim 500-1500$  мкм.

Решение уравнения (1) будем искать в приближении постоянных коэффициентов с начальным условием  $T(x, y, 0) = 0$  и граничными условиями  $T(\pm L/2, \pm L/2, 0) = 0$ . В итоге получим, что

$$T(x, y, t) = \Delta T_1 \sum_{j=1}^p \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{n=1}^{\infty} Q_{mn}(t - t_j) S_{mn}(x, y), \quad (4)$$

где

$$Q_{mn}(t - t_j) = \exp[-a^2 (q_m^2 + q_n^2)(t - t_j)], \quad (5)$$

$$S_{mn}(x, y) = g_{xm} g_{yn} \cos(q_m x) \cos(q_n y), \quad (6)$$

$$g_{im} = (2/L) \int_{-L/2}^{L/2} g_i(\xi) \cos(q_m \xi) d\xi, \quad i = x, y. \quad (7)$$

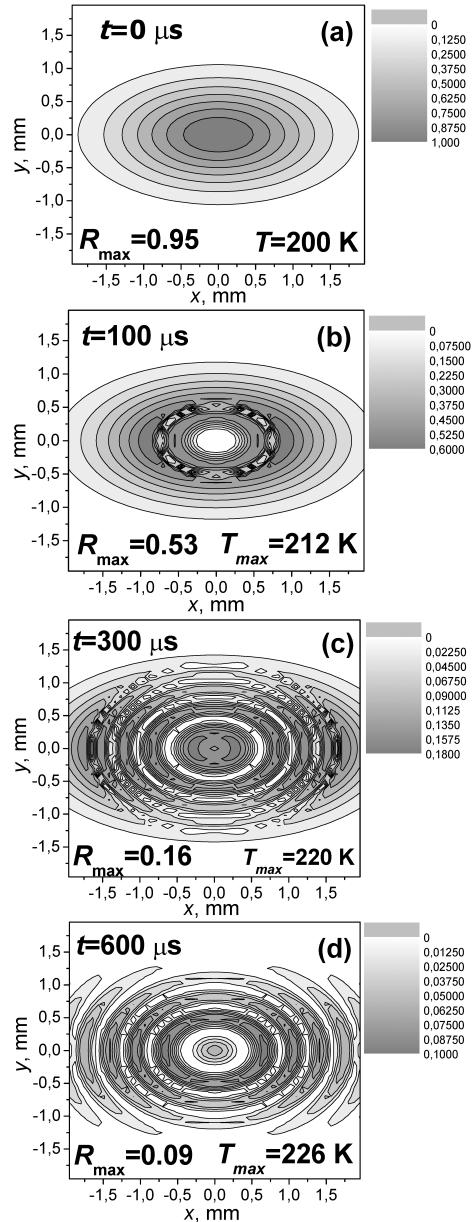
Здесь  $a^2 = \kappa / c_p \rho$  – коэффициент температуропроводности,  $q_k = \pi(2k-1)/L$ ,  $k = m, n$ . При выводе (4) использовано условие  $\tau_0 \ll \tau_T$  (приближение  $\delta$ -образных падающих импульсов).

Спектральные интенсивности  $R$ - и  $T$ -импульсов в приближении локального взаимодействия, справедливого при  $r_1 \gg \Lambda$ , где  $\Lambda$  – глубина экстинкции, определяются выражением  $I_C(\mathbf{r}, t, \Omega) \approx I_{ln}(\mathbf{r}, z, t) |C(\alpha)|^2 G(\Omega)$ , где  $C(\alpha) = R$ ,  $T$  – амплитудные коэффициенты дифракционного отражения и прохождения,  $G(\Omega)$  – спектр случайных импульсов РЛСЭ,  $\Omega = \omega - \omega_0$ , величина  $\alpha = 2\sin 2\theta_B [\Delta\theta + \{\Omega/\omega_0 + \alpha_T T(\mathbf{r}, t)\} \tan \theta_B]$  [5].

### 3. Результаты и обсуждение

Из рис. 4 видно, насколько сложным образом меняется интенсивность отражения в разных точках кристалла в разные моменты времени с

начала падения пачки импульсов.

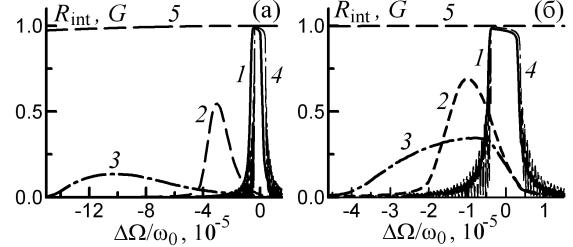


**Рис. 4.** Интенсивность  $I_R(x, y, t, \Omega)$  в моменты времени  $t$ (мкс): 0 (а), 100 (б), 300 (в), 600 (г);  $T_0 = 200$  К,  $N = 10^{11}$  фотон/сек,  $z = 800$  м,  $\Omega = 0$ .

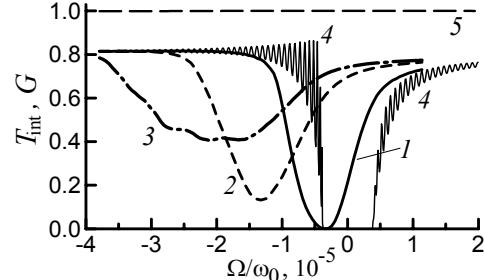
Наличие неоднородного и нестационарного распределения температуры  $T(x, y, t)$  приводит к уменьшению интегрального (по  $x, y$  и  $t < \tau_b$ ) спектрального коэффициента отражения  $R_{\text{int}}(\Omega)$ , к его уширению, асимметрии и к смещению максимума в отрицательную область спектра (рис. 5). С уменьшением температур  $T_0$  и  $\Delta T_1$  (при уменьшении энергии  $Q_p$  и/или увеличении расстояния  $z$ ) коэффициенты  $R_{\text{int}}$  и  $T_{\text{int}}$  приближаются к таковым для идеального кристалла.

С уменьшением расстояния  $z$  даже при предельно малых энергиях в импульсе кривая прохождения  $T_{\text{int}}(\Omega)$  становится настолько широкой, что это ставит под сомнение возможность реализации режима self-seeding (см. рис. 6 при  $z = 0$ ). Отметим, что схема self-seeding была успешно реализована на LCLS в Стенфорде [9] с

повышением в 40-50 раз степени временной коррентности импульсов. В первую очередь это было обусловлено гораздо более низкой тепловой нагрузкой в режиме одиночных импульсов с длительностью  $\tau_p \sim 10$  фс, частотой следования 120 Гц и энергией импульсов  $Q_p \approx 20$  мкДж.



**Рис. 5.** Интегральный коэффициент отражения  $R_{\text{int}}$  при  $T_0 = 100$  (1), 200 (2) и 300 К (3) на расстояниях  $z = 100$  м (а) и  $z = 500$  м (б), энергия  $Q_p = 80$  мкДж, 4 –  $R_{\text{id}}(\Omega)$ , 5 – спектр падающих импульсов  $G(\Omega)$  с шириной, равной  $2/\tau_c$ .



**Рис. 6.** Интегральные коэффициенты прохождения  $T_{\text{int}}(\Omega)$  при  $z = 100$  м (1), 10 м (2) и  $z = 0$  м (3), т.е. внутри ондулятора; 4 –  $T_{\text{id}}(\Omega)$ , 5 – спектр  $G(\Omega)$ , энергия  $Q_p = 26$  мкДж,  $T_0 = 200$  К.

В дальнейшем предполагается решение уравнения теплопроводности с учетом зависимости параметров  $\alpha_T$ ,  $c_p$  и  $\kappa$  от температуры, а также, что более существенно, необходимо учесть временную динамику этих параметров при быстро-протекающих процессах.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 12-02-00924, № 13-02-00760) и BMBF (Project No. 05K10CHG, Germany).

- [1] Tschentscher Th., XFEL, EU TN-2011-001, Hamburg, Germany (2011).
- [2] Bushuev V.A., J. Synchr. Rad., **15**, 495 (2008).
- [3] Bushuev V.A., Samoylova L., Nucl. Instrum. Methods A., **635**, S19 (2011).
- [4] Бушев В.А., Самойлова Л., Кристаллография, **56**, 876 (2011).
- [5] Бушев В.А., Известия РАН. Сер. физ., **77**, 19 (2013).
- [6] Geloni G., Kocharyan V., Saldin E., Report DESY 10-053, Hamburg, Germany (2010).
- [7] Физические величины: Справочник. Под. ред. Григорьева И.С., Мейлихова Е.З. М.: Энергоатомиздат, 1991.
- [8] Новиков Н.В., Кочергинский Ю.А., Шульман Л.А. и др. Физические свойства алмаза. Справочник, Киев: Наукова думка, 1987.
- [9] Amann J., Berg W., Blank V. et al., Nature Photonics, 12 August 2012, DOI: 10.1038/NPHOTON.2012.180.

## Biological nano-crystallography at XFELs

O. M. Yefanov<sup>1</sup> Barty A.<sup>1</sup>, Chapman H. N.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Center for Free-Electron Laser Science at DESY, Notkestr. 85, D-22607 Hamburg, Germany  
oleksandr.yefanov@desy.de

The success of protein X-ray crystallography relies on growing crystals of sufficient size. In conventional measurements, the necessary increase in X-ray dose to record data from crystals that are too small leads to extensive damage before a diffraction signal can be recorded. One of the ways to overcome this problem is using femtosecond pulses from a hard-X-ray free-electron laser (XFEL) [1] (Fig. 1).

To collect a sufficient 3D dataset many diffraction patterns (usually more than  $10^5$ - $10^6$ ) have to be measured. Such dataset can be collected by illuminating a stream of nanocrystals with FEL pulses. Using 120Hz repetition rate of LCLS or even 27 kHz of upcoming European XFEL such task is becoming doable.

The first successful serial femtosecond crystallography experiment (Fig. 2) was demonstrated in 2011 for photosystem I [1]. Similar experiment with hard x-rays for high resolution structure determination of lysozyme was carried out the following year [2]. The first unknown structure determination of a biological specimen (Cathepsin B) was published this year [3]. The resolution achieved reached 2.1 Å.

The application of serial fs crystallography can be extended to study dynamics of biological (and not only) systems by using pump probe experiments [4]. In such experiment samples are excited by a visible laser and after variable delay measured by x-rays.

There is one more possible advantage of using FELs as compared to traditional sources. In serial fs crystallography the dynamic range of the collected 3D dataset is limited only by the number of measured diffraction patterns. Therefore it is possible to measure the intensities not only in Bragg peaks but also in between the peaks (Fig. 3). This fact can, in principle, be used for ab-initio structure determination.

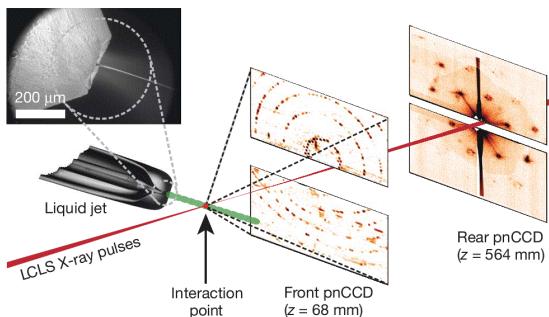


Fig.1. Serial fs crystallography experiment [1]

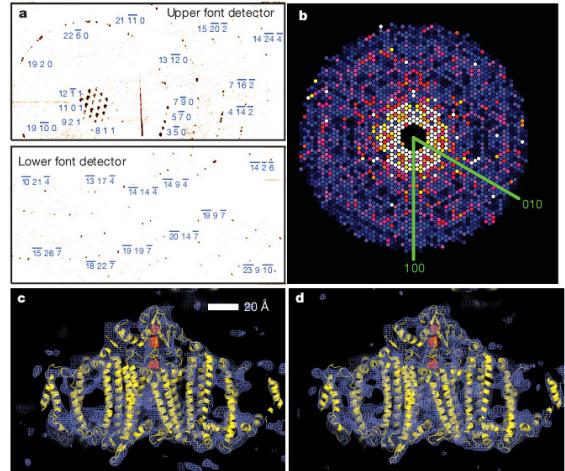


Fig. 2. A diffraction pattern measured at LCLS (a), a slice through the full reciprocal space (b) and reconstructed structure of photosystem I (c,d) [1].

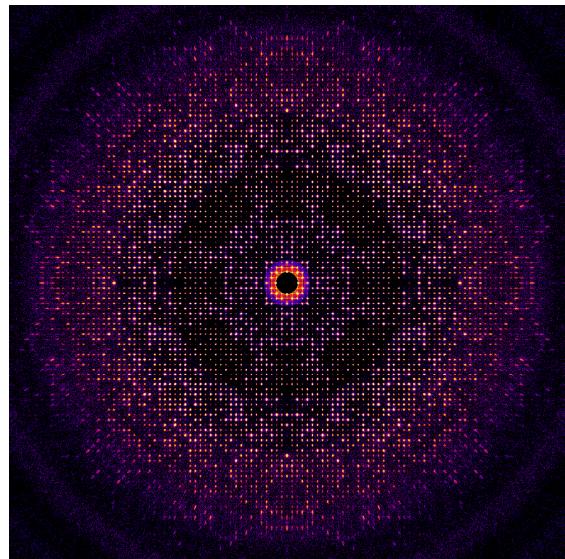


Fig. 3. A central 2D slice through measured 3D diffraction pattern of Cathepsin B [3] in log. scale

[1] H. N. Chapman et al., Nature 470, 73 (2011)

[2] S. Boutet et al., Science 337, 362 (2012)

[3] L. Redecke et al., Science 339, 227 (2013)

[4] A. Aquila et al., Opt. Express 20, 2706 (2012)

# РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ ТОМОГРАФИЯ ПРИРОДНЫХ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА

**Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков**

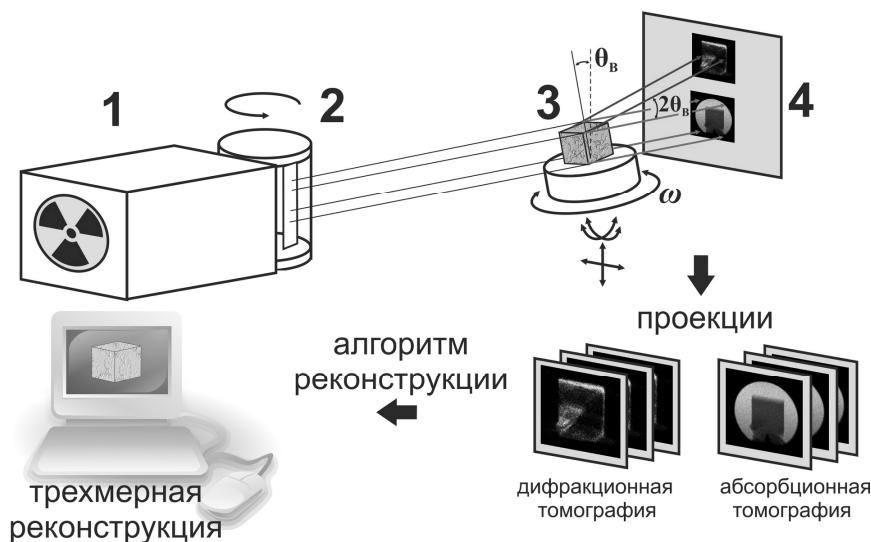
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский просп., д. 59.

На сегодняшний день известно, что синтетические кристаллы алмаза эффективно применяются для создания изделий микроэлектроники, использующие уникальные свойства этого материала. Однако данные кристаллы не всегда удовлетворяют требованиям разработчиков микроэлектронной аппаратуры. В связи с этим применение природных алмазов для таких задач, а также внедрение новых технологий их обработки вследствие наличия внутренней дефектно-примесной структуры могут быть весьма актуальными. Данная работа и посвящена исследованию изменения внутренней структуры природных алмазов при механической обработке, включающей возмущающие волновые воздействия.

Рентгеновская дифракционная томография (топо-томография) является уникальным неразрушающим инструментом для

исследования внутреннего строения кристаллических объектов [1]. В отличие от рентгеновской топографии, данный подход позволяет получать не двумерную, а трехмерную картину распределения различных дефектов внутри кристалла, поскольку анализируется целый ряд дифракционных картин, получаемых при вращении исследуемого кристалла. Следует отметить, что ось вращения должна быть наклонена на угол  $90^\circ - \theta_B$  по отношению к падающему рентгеновскому пучку (где  $\theta_B$  – соответствующий угол Брэгга исследуемого кристалла) (рис. 1). В результате мы получаем на детекторе набор проекций дифрагированного пучка (аналогично рентгеновской проекционной топографии Ланга). Для получения трехмерной реконструкции применяются алгоритмы, разработанные в абсорбционной томографии.



**Рис.1.** Схема эксперимента: 1 – источник рентгеновского излучения; 2 – кристалл-монохроматор; 3 – исследуемый кристалл; 4 – двумерный детектор ( $2048 \times 2048$  ячеек с размером  $13 \times 13 \text{ мкм}^2$ ).

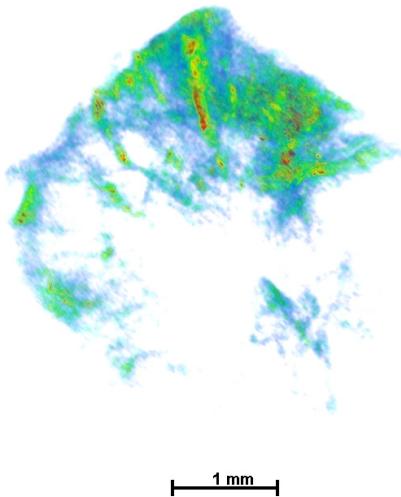
Ранее в работах [2, 3] нами было показано, что метод рентгеновской дифракционной томографии может быть реализован и с использованием лабораторных источников рентгеновского излучения для исследования слабопоглощающих кристаллов, и в частности природных алмазов. Нами была создана

экспериментальная установка на базе лабораторного микротомографа (рис. 1.). Основная ее особенность заключается в том, что одновременно можно проводить как томографические исследования (абсорбционная томография), так и топографические (дифракционная томография).



**Рис. 2.** Исследуемый природный алмаз до обработки.

Нами исследовался кристалл природного алмаза в форме октаэдра (рис. 2). Кристалл крепился на гониометре, и освещался полихроматическим («белым») рентгеновским излучением с возбужденной характеристической *K*-линией молибдена. На рис. 3 представлен результат реконструкции по дифракционным данным. Видно радиально-лучистое, «волокнистое» строение кристалла, обусловленное плотным пучком дислокаций, распространяющихся от центра к периферии.

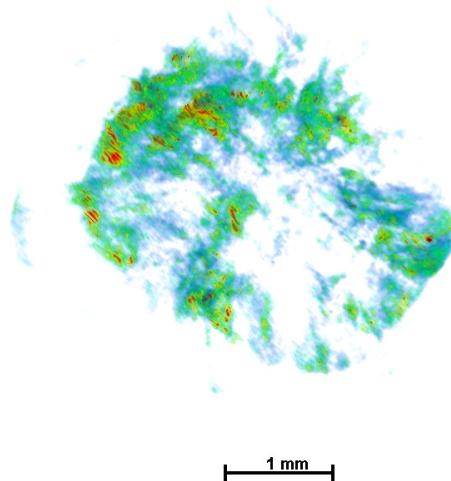


**Рис. 3.** Результат реконструкции по дифракционным данным. Показано радиально-лучистое строение.

В дальнейшем этот же кристалл был подвержен механической обработке согласно алгоритму и технологии, подробно описанной в работе [4]. Существенно, что в процессе данной обработки в кристалле возбуждаются колебания. Поскольку скорость распространения акустических волн в алмазе велика ( $\sim 10$  км/с), то кратковременное прикосновение обрабатывающего инструмента к любой точке поверхности кристалла создает дальнодействующее волновое поле в его объеме. Результат механических воздействий столь велик, что может приводить даже к изменению внешней формы исследуемого образца. Это наблюдалось в эксперименте, хотя масса кристалла осталась неизменной. В настоящей

работе продемонстрировано и изменение внутренней структуры данного кристалла.

Как и следовало ожидать, это изменение ярко выражено. Происходит значительное изменение дислокационной структуры в образце (рис. 4). При этом обработка кристалла приводит к формированию в объеме алмаза периодических «модулированных» областей, которые разлагают падающий свет на цвета оптического спектра.



**Рис. 4.** Результат реконструкции после обработки.

Таким образом, наши исследования с применением метода рентгеновской топотомографии позволяют качественно оценивать результаты разработанного метода обработки природных алмазов. Наличие большого числа дефектов в структуре исследуемого природного алмаза не позволяет эффективно использовать данную технологию при создании принципиально новых приборов микроэлектроники с уникальными параметрами. Однако уменьшение риска безвозвратных потерь при обработке алмазного сырья является важным фактором в производстве ювелирных изделий.

#### Список литературы:

- [1] Ludwig, W., Cloetens, P., Hartwig, J. et. al. *J. Appl. Cryst.* **34**. (2001). 602.
- [2] Золотов Д. А., Бузмаков А. В., Асадчиков В. Е. и др., *Кристаллография*, **56** (2011), 426–430.
- [3] Золотов Д.А., Асадчиков В.Е., Бузмаков А.В. и др. Пятый международный научный семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)», В.Новгород, 12 – 16 сентября 2011 г., тез. докл., 73-76.
- [4] В. Ю. Карасёв, С. М. Пинтус, А. А. Алтухов и др. *Микроэлектроника*, **41** (2012), 324–330.

# РЕГИСТРАЦИЯ УПРУГИХ СМЕЩЕНИЙ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ОСТРОВКОВ Ge на Si (111)

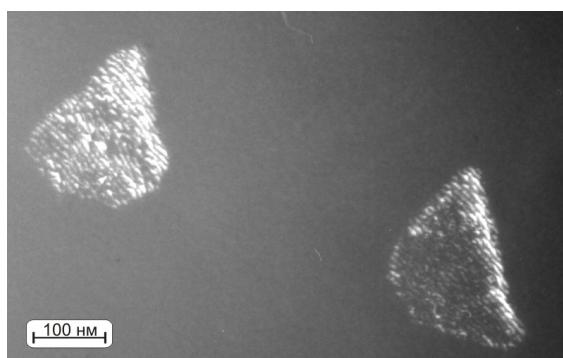
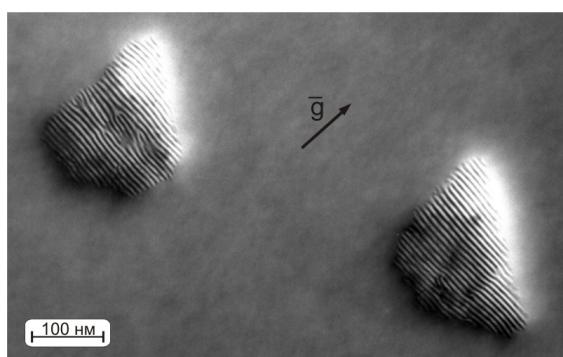
А.С. Ильин, Е.М. Труханов, С.А. Тийс, А.К. Гутаковский

Институт Физики Полупроводников им. А.В.Ржанова СО РАН, 630090, Новосибирск, пр.Лаврентьева, 13  
trukh@isp.nsc.ru

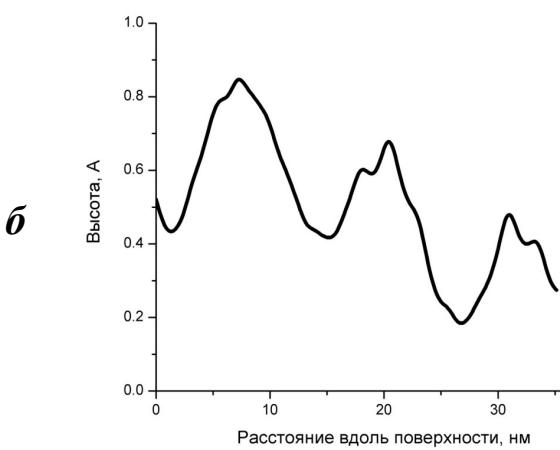
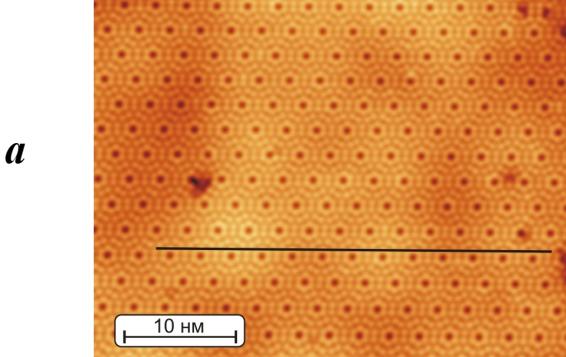
В работе представлены результаты применения двух прецизионных структурных методов современного анализа – высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) и сканирующей туннельной микроскопии (СТМ). Использование моделирования распределения упругих полей смещений, выполненное в рамках теории упругости, позволило установить, что возможность СТМ регистрации дислокаций несоответствия, залегающих в границе раздела Ge-Si(111), зависит от высоты островков Ge.

Образцы Ge/Si(111) приготавливались с помощью молекулярно-лучевой эпитаксии в установке СТМ фирмы «OMICRON». Осаждено

3.5 бислоев Ge при  $T=400^{\circ}\text{C}$ . На рис.1 приведены ВРЭМ изображения Ge островков. Режим муара (*a*) свидетельствует о частичном снятии напряжений дислокациями несоответствия, приведенными на изображении (*b*). Типичное изображение СТМ вершины островка данного образца показано на рис.2. Видна поверхностная фаза  $7\times7$ , а также квазипериодически распределенные круглые светлые пятна, изображающие холмы, имеющие округлую форму и высоту около одного ангстрема. Расстояния между светлыми пятнами (~15 нм) соответствуют среднему междислокационному

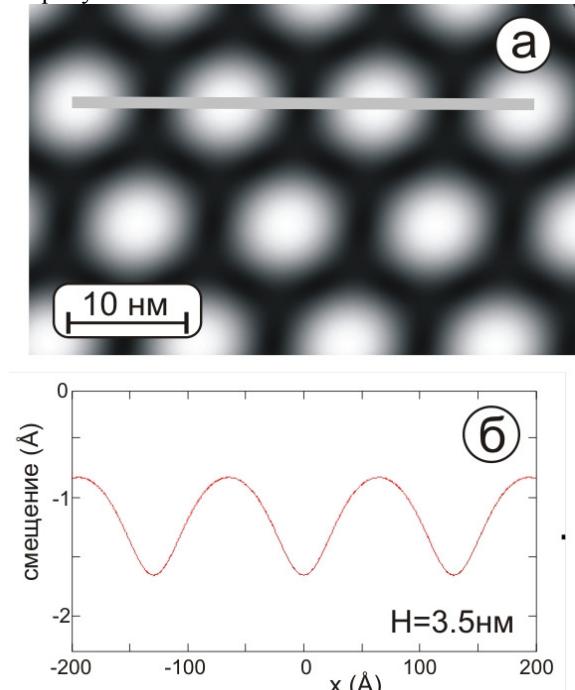


**Рис.1.** ВРЭМ изображение двух эпитаксиальных островков Ge на Si (111) в режиме съемки “plan view” (*a*) – картина муара; (*b*) – дислокаций несоответствия в режиме слабого пучка; вектор дифракции  $g$  [2 -2 0] перпендикулярен муаровым полосам.

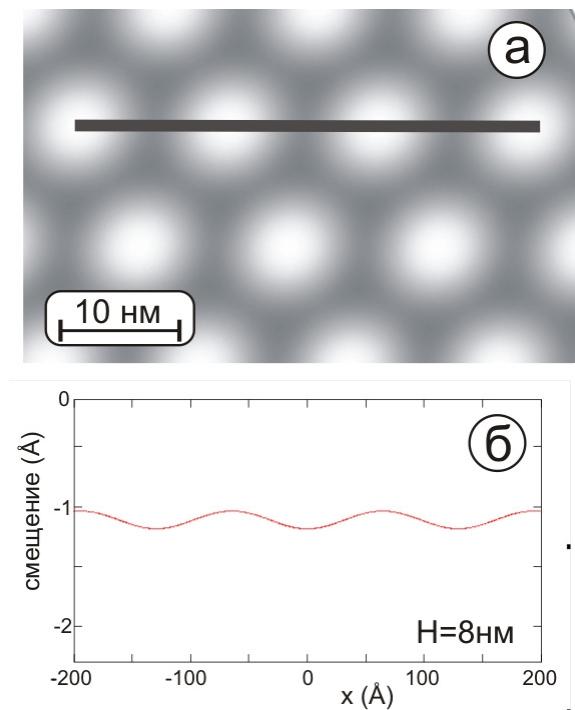


**Рис.2.** (*a*) – изображение СТМ островка и (*b*) – профиль поверхности верхнего атомного слоя германия, охватывающий три модуляционных

максимума вдоль горизонтальной черной линии на рисунке *a*.



**Рис.3.** Имитация упругой модуляции поверхности островка германия. Расчетное распределение упругих смещений приповерхностного слоя Ge в вертикальном направлении (*a*) и профили поверхности верхнего атомного слоя, определенные вдоль горизонтальной светлой линии, показанной на рисунке *a*. Высота островка  $H=3.5$  нм.



**Рис.4.** Расчетное распределение упругих смещений приповерхностного слоя Ge в вертикальном направлении (*a*) и профили поверхности верхнего атомного слоя, определенные вдоль горизонтальной светлой

линии, показанной на рисунке *a*. Высота островка  $H=8$  нм.

расстоянию на рис.1б. Модуляционные пятна возникают в результате упругих смещений приповерхностного слоя Ge в вертикальном направлении. Поле смещений формируется сеткой дислокаций несоответствия, распределенных в границе раздела. Такая модуляция впервые была зарегистрирована с помощью дифракции медленных электронов [1], а в дальнейшем – с использованием СТМ [2]. Прямое доказательство того факта, что модуляция является результатом присутствия в границе раздела ДН, было представлено в статье [3], в которой в на оном и том же образце были выполнены как ВРЭМ, так и СТМ исследования. Согласно СТМ данным, не более 10% исследованных островков демонстрировали модуляционную картину пятен, однако с помощью ВРЭМ на данном образце не было зарегистрировано ни одного островка, не содержащего дислокаций несоответствия. Причина данного противоречия установлена в настоящей работе с привлечением моделирования поля упругих смещений. Моделирование выполнено в рамках классической теории упругости.

На рис.3 и рис.4 приведены расчетные распределения упругих смещений верхнего атомного слоя Ge, аналогичные СТМ изображениям (рис.2а). На данных рисунках расчеты выполнены для слоев Ge различной высоты  $H$ . Видно, что при увеличении  $H$  от 3.5 до 8 нм амплитуда модуляций выпуклых пятен уменьшается от 0.8 до 0.16 Å. Первое значение амплитуды надежно регистрируется с помощью СТМ, однако второе находится на пределе чувствительности СТМ. Природа сформированного выше противоречия состоит в том, что возможность СТМ регистрации дислокаций несоответствия, залегающих в границе раздела Ge-Si(111), зависит от высоты островков Ge. Экспериментальные данные подтвердили, что в образце, исследованном в [3] действительно подавляющее большинство островков имело высоту  $H > 8$  нм.

Работа выполнена при поддержке РФФИ проекта № 12-02-01128 и Интеграционного междисциплинарного проекта СОРАН № 72.

[1] M. Horn-von Hoegen et.al. Surface Science 298 p. 29. (1993)

[2] S.N. Filimonov, V. Cherepanov, N. Paul, H. AsaokaJ. Brana, B. Voigtlander «Dislocation networks in conventional and surfactant-mediated Ge/Si(111) epitaxy» Surface Science 599 p.76(2005)

[3] С.А. Тийс, Е.М. Труханов, А.С. Ильин, А.К. Гутаковский, А.В. Колесников, Начальные стадии эпитаксии Ge на Si(111) в квазиравновесных условиях роста, Письма в Журнал экспериментальной и теоретической физики, 2010, т. 92, №6, стр. 429-437.

# Рентгеновский анализ деформаций в нитевидных нанокристаллах GaN и в гетероструктурах InGaN/GaN

В.М.Каганер

Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия

Нитевидные нанокристаллы (nanowires, nanocolumns, nanopillars) привлекают в последнее время большое внимание, поскольку они могут служить основой для будущих электронных и оптоэлектронных приборов. Нанокристаллы нитрида галлия отличаются от других полупроводниковых материалов тем, что эпитаксиально растут без участия дополнительного катализатора. Многие другие нанокристаллы, такие как например GaAs или InAs, выращиваются с помощью капелек жидкого металла (чаще всего золота), что является дополнительным источником примесей. Нанокристаллы GaN отличаются еще и тем что имеют кристаллическую структуру вюрцита, ту же что и объемный материал, в то время как нанокристаллы выращенные в системе газ-жидкость-твердое тело с участием катализатора чаще всего состоят из частей с разными структурами. На рис. 1 показан один из образцов нанокристаллов GaN на подложке Si(111), изучавшийся в данной работе.

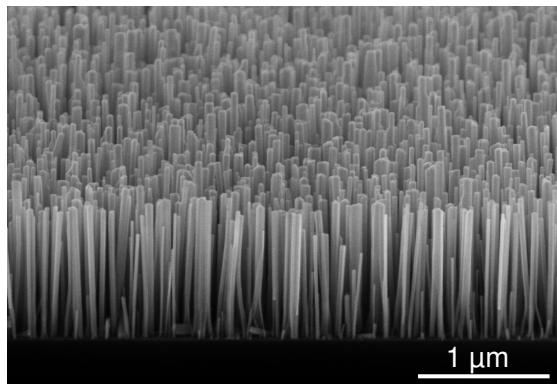


Рис. 1 Нитевидные нанокристаллы GaN на подложке Si(111).

Преимущество нанокристаллов GaN перед эпитаксиальными пленками того же материала состоит в том, что они не содержат проникающих дислокаций, присутствующих в пленках и отрицательно влияющих на их оптоэлектронные свойства. Тем не менее, вопрос о структурных дефектах и об упругих деформациях в нанокристаллах требует изучения. С этой целью, изучались трехкристальные дифракционные кривые снятые в разных порядках отражения, см. рис. 2. Ширина кривых увеличивается пропорционально порядку отражения, что указывает на упругие деформации как источник уширения рентгеновских пиков. Однако

профили этих пиков существенно отличаются от гауссовых, которые ожидаются для уширения вызванного флуктуациями деформации от случайных дефектов. Эти кривые удается описать, если предположить, что дефекты в основном содержатся вблизи подложки и среднеквадратичные деформации не постоянны, а изменяются вдоль нанокристалла. Хорошее согласие измеренных и рассчитанных кривых, показанное на рис. 2, получается в предположении об экспоненциальном спадании среднеквадратичных флуктуаций деформаций вдоль нанокристалла [1].

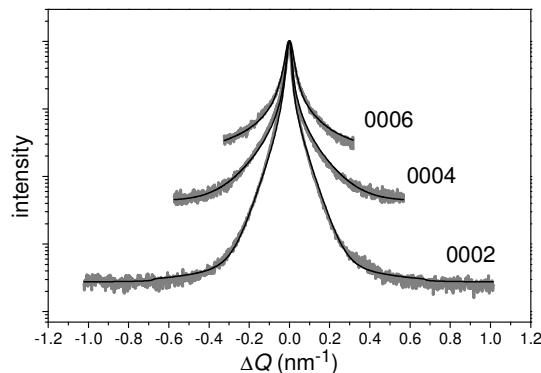


Рис. 2. Кривые трехкристальной рентгеновской дифракции от нитевидных нанокристаллов GaN.

Для оптоэлектронных применений нужны не сами нанокристаллы GaN, а гетероструктуры на их основе. Рис. 3 демонстрирует кривые рентгеновской дифракции от нанокристаллов GaN содержащих сверхрешетку из 6 периодов  $In_xGa_{1-x}N/GaN$ . Для сравнения показана расчетная кривая рентгеновской дифракции для сплошной планарной пленки, содержащей ту же самую гетероструктуру. Из сравнения кривых видно, что сверхструктурные отражения от гетероструктур в нанокристаллах наблюдаются, несмотря на большой разброс параметров сверхрешетки между индивидуальными нанокристаллами. Расчетные кривые, показанные на рис. 3, согласуются с экспериментальными, если учесть флуктуации толщины слоев  $In_xGa_{1-x}N$ : среднеквадратичное отклонение в толщине слоев оказывается около 2 нм, при средней толщине этих слоев 3.8 нм [2].

Положения сателлитных пиков сверхрешетки дают возможность определить относительную разность  $\Delta d/d$  вертикальных

параметров решетки квантовой ямы  $In_xGa_{1-x}N$  и промежуточного слоя GaN. Для того чтобы из этих данных определить концентрацию In в сверхрешетке, нужно правильно решить соответствующую упругую задачу. Хорошо известное решение для гетероэпитаксиальных слоев не годится, потому что не учитывает упругую релаксацию на боковой поверхности нанокристалла. Если толщина всей гетероструктуры не меньше чем диаметр нанокристалла, релаксацию на боковой поверхности можно учесть в среднем, потребовав, чтобы средние напряжения на боковой поверхности были равны нулю [3].

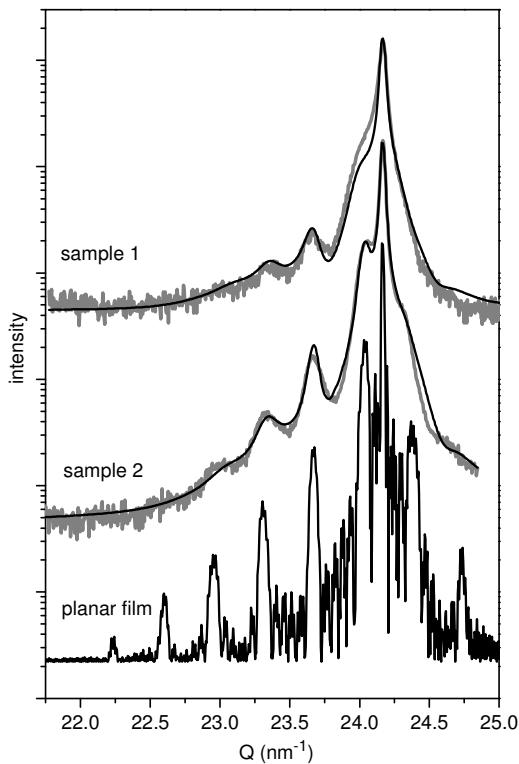


Рис. 3. Трехкристальные рентгеновские дифракционные кривые от сверхрешеток  $In_xGa_{1-x}N/GaN$  в нанокристаллах выращенных непосредственно на подложке Si(111) (образец 1) и на буферном слое AlN (образец 2). Внизу показана для сравнения расчетная кривая для планарной сверхрешетки с номинально теми же параметрами сверхрешетки.

Задача об упругих деформациях в аксиальных гетероструктурах решается аналитически, как задача о диске с отличающимся параметром решетки в бесконечном цилиндре [4]. Рис. 4 показывает пример расчета смещения атомных плоскостей и вертикальной деформации в цилиндре содержащем периодически расположенные диски с несоответствием параметра решетки.

Когда в цилиндр вставляется диск с большим поперечным параметром решетки, в цилиндре появляются, из-за эффекта Пуассона,

продольные деформации и локальное удлинение цилиндра. Оказывается, что из-за релаксации напряжений на боковой поверхности полная длина цилиндра не изменяется, т.е. локальное удлинение в части цилиндра компенсируется деформациями обратного знака в других его частях. Релаксация происходит на расстояниях порядка диаметра цилиндра. Поэтому, если в цилиндре имеется периодическая гетероструктура, т.е. периодически повторяющиеся диски с другим параметром решетки, положение рентгеновских пиков зависит от полной длины всей гетероструктуры. Если эта длина меньше чем диаметр, положение рентгеновских пиков соответствует полной латеральной релаксации каждого из слоев. Те гетероструктуры, которые используют на практике, соответствуют этому предельному случаю. Противоположный предел планарной гетероструктуры достигается, только когда диаметр цилиндра увеличивается на два порядка по сравнению с тем который представляет практический интерес [4].

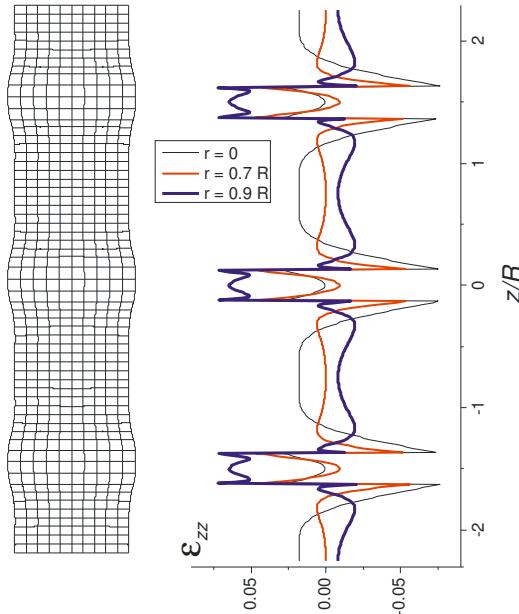


Рис. 4. Расчет формы атомных плоскостей и вертикальной деформации в цилиндре содержащем периодически расположенные диски с несоответствием параметра решетки.

[1] V. M. Kaganer, B. Jenichen, O. Brandt, S. Fernández-Garrido, P. Dogan, L. Geelhaar, and H. Riechert, Phys. Rev. B **86**, 115325 (2012).

[2] V. M. Kaganer, M. Wölz, O. Brandt, L. Geelhaar, and H. Riechert, Phys. Rev. B **83**, 245321 (2011).

[3] M. Wölz, V. M. Kaganer, O. Brandt, L. Geelhaar, and H. Riechert, Appl. Phys. Lett. **98**, 261907 (2011); **100**, 179902 (2012).

[4] V. M. Kaganer and A. Yu. Belov, Phys. Rev. B **85**, 125402 (2012).

# Рентгеновский анализ дислокационных структур в релаксированных эпитаксиальных пленках

В.М.Каганер

Институт твердотельной электроники им. Пауля Друде, Берлин, Германия

Различие параметров решетки эпитаксиальной пленки и подложки приводят к пластической релаксации пленки. На границе раздела формируются дислокации несоответствия. Поскольку дислокации не могут оборваться на границе, их концы выходят на поверхность в виде проникающих дислокаций. Профили рентгеновских дифракционных пиков чувствительны к упругим полям дислокаций и содержат информацию о плотности дислокаций, векторах Бюргерса, и о корреляциях положений дислокаций. В докладе обсуждаются основные характерные черты дифракционных профилей вызванных дислокациями в эпитаксиальных пленках, и демонстрируются возможности получения информации о распределениях дислокаций из данных рентгеновских дифракционных экспериментов [1-6].

Корреляции в положениях дислокаций возникают из-за того, что дислокации стремятся уменьшить упругую энергию релаксированной эпитаксиальной пленки. Минимум упругой энергии дислокаций несоответствия достигается, когда дислокации расположены периодически. Краевые дислокации (дислокации Ломера) могут скользить вдоль границы раздела и достигнуть периодического расположения, но 60-градусные дислокации, у которых плоскости скольжения наклонены к границе раздела, имеют меньше возможностей для упорядочения. Случай больших плотностей дислокаций, когда среднее расстояние между дислокациями несоответствия много меньше толщины эпитаксиальной пленки, наиболее важен с экспериментальной точки зрения и относительно прост для расчетов. Корреляции в положениях дислокаций описываются в этом случае одним параметром  $g \leq 1$ , который представляет собой среднеквадратичную флуктуацию числа дислокаций на данном отрезке границы раздела [1,5]. Случай малых плотностей дислокаций более сложен и требует анализа всей корреляционной функции для корреляций в положениях дислокаций [3].

В эпитаксиальных пленках, состоящих из различным образом релаксированных слоев, анализ типов дислокаций, плотностей дислокаций и их корреляций могут быть проведены отдельно на каждой границе раздела. Примером может служить структура  $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}/\text{Ge}/\text{Si}$  на рис. 1 [6].

Корреляции в положениях проникающих дислокаций направлены на то, чтобы экранировать дальнее упругое поле деформаций от дислокаций. Профили рентгеновских дифракционных пиков от проникающих дислокаций в эпитаксиальных пленках GaN [2] хорошо описываются корреляционной функцией предложенной Кривоглазом и модифицированной Вилкенсом,  $G(x) \propto \exp[-\rho x^2 \ln(R/x)]$ , где  $\rho$  - плотность дислокаций и  $R$  – расстояние на котором происходит экранирование упругих полей. Подгонка расчетных и экспериментальных профилей пиков показывает, что это расстояние экранировки сравнимо со средним расстоянием между дислокациями, так что уже соседние дислокации эффективно экранируют друг друга.

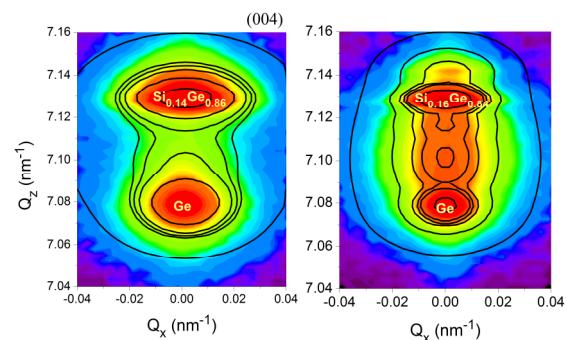


Рис. 1. Две гетероструктуры  $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}/\text{Ge}/\text{Si}$  [6]. Образцы имеют номинально одинаковые буферные слои Ge с одинаковой плотностью дислокаций несоответствия. Различие между ширинами рентгеновских пиков от этих слоев обусловлено различными корреляциями между дислокациями. Различные типы дислокаций (дислокации Ломера на нижней границе раздела и 60-градусные дислокации на верхней границе) приводят к разной форме пиков. Измеренная интенсивность показана цветной картой, расчет сплошными линиями.

Если статистические свойства распределения дислокаций известны (или постулированы), интенсивность рентгеновского рассеяния можно посчитать методом Монте Карло [3-5]. Интегрирование методом Монте Карло проводится в рамках кинематической теории дифракции и не требует каких-либо дальнейших приближений или упрощений. Положения дислокаций генерируются случайным образом по заданной корреляционной функции. Усреднение по

ансамблю дислокаций проводится методом Монте Карло. Пространственное интегрирование по эпитаксиальной пленке может проводиться либо также методом Монте Карло [3,5], либо с помощью обычных квадратурных формул [4].

Положения дислокаций несоответствия генерируются в расчетах по методу Монте Карло как марковская цепь. Выбор распределения вероятностей для расстояния между соседними дислокациями позволяет непрерывным образом переходить от нескоррелированных дислокаций к почти периодическим дислокациям. При достаточно сильных корреляциях, появляются сателлитные отражения [3], как это показано на рис. 2.

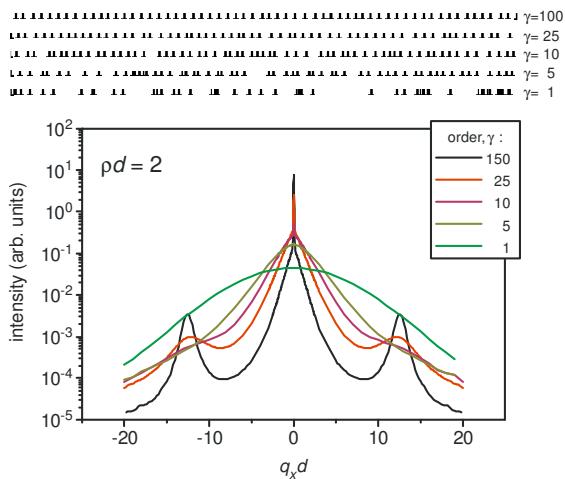


Рис. 2. Примеры распределения дислокаций сгенерированных как марковская цепь с гамма-распределением вероятностей (вверху) и рассчитанные дифракционные пики (внизу) [3,5].

Экранирование упругих полей проникающих дислокаций обеспечивается парами дислокаций с противоположными векторами. Среднее расстояние между дислокациями в такой паре задает радиус экранировки. Если это расстояние больше среднего расстояния между дислокациями, то пары перекрываются, а не образуют отдельные дислокационные диполи [4]. Ширина рентгеновского пика зависит от радиуса экранирования, так что определение плотности дислокаций только по полуширине пика невозможно. Рис. 3 иллюстрирует это расчетом рентгеновских пиков для двух распределений дислокаций, которые имеют одинаковую плотность но разные радиусы экранировки.

Таким образом, профили рентгеновских дифракционных пиков могут быть вычислены

для широкого класса распределений дислокаций несоответствия и проникающих дислокаций в эпитаксиальных пленках. Сочетание приближенных вычислений профилей дифракционных пиков и прямого моделирования методом Монте Карло создает прочную основу для определения плотности дислокаций и для детального описания распределения дислокаций в релаксированных эпитаксиальных пленках методами рентгеновской дифракции.

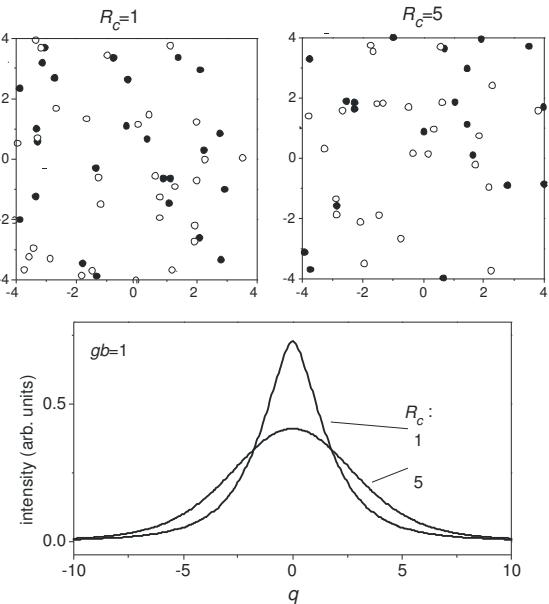


Рис. 3. Два распределения дислокаций с одной и той же плотностью, генерируемые как пары дислокаций противоположного знака. Распределения отличаются только средним расстоянием между дислокациями в паре и приводят к различию в полуширине рентгеновского пика [4].

- [1] V. M. Kaganer, R. Köhler, M. Schmidbauer, R. Opitz, and B. Jenichen, Phys. Rev. B **55**, 1793 (1997).
- [2] V. M. Kaganer, O. Brandt, A. Trampert, and K. H. Ploog, Phys. Rev. B **72**, 045423 (2005).
- [3] V. M. Kaganer and K. K. Sabelfeld, Phys. Rev. B **80**, 184105 (2009).
- [4] V. M. Kaganer and K. K. Sabelfeld, Acta Cryst. A **66**, 703 (2010).
- [5] V. M. Kaganer and K. K. Sabelfeld, Phys. Status Solidi A **208**, 2563 (2011).
- [6] V. S. Kopp, V. M. Kaganer, G. Capellini, M. De Seta, and P. Zaumseil, Phys. Rev. B **85**, 245311 (2012).

# ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ КАРТ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ РАССЕЯНИЯ В БЛИЗИ УЗЛА ОБРАТНОЙ РЕШЕТКИ ОТ СВЕРХРЕШЕТКИ С ЛАТЕРАЛЬНОЙ МОДУЛЯЦИЕЙ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА

Д.В. Казаков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, ул. Чернова, 3а.  
[kazakov@dm.komisc.ru](mailto:kazakov@dm.komisc.ru)

Рентгенодифракционные исследования сверхрешеток (СР) с латеральной модуляцией компонентного состава (ЛМКС) являются важным этапом в изучении многослойных латеральных гетероструктур различной степени совершенства. СР с ЛМКС относятся к классу низкоразмерных полупроводниковых материалов, применяемых в производстве современных оптоэлектронных полупроводниковых приборов. Впервые модуляция компонентного состава была обнаружена и описана авторами работы [1] в короткопериодной сверхрешетке  $(GaP)_2/(InP)_2$  выращенной на подложке из (001)  $GaAs$  с буферным слоем  $Ga_{0.525}In_{0.475}P$ . Авторы отмечают, что помимо ожидаемой периодичности в направлении роста, в СР присутствует латеральная модуляция компонентного состава вдоль направления  $\bar{[110]}$  с длиной периода около 200 Å. Затем ЛМКС была обнаружена в СР  $(GaAs)_2/(InAs)_2$  на подложке (100)  $InP$  [2] и в  $(AlAs)_2/(InAs)_2$  на подложке (100)  $InP$  [3]. При этом авторы [1] - [3] отмечали, что получаемые материалы обладают уникальными физическими свойствами, которые могут быть использованы в производстве оптоэлектронных приборов. Впервые, возможности СР с ЛМКС были продемонстрированы в работе [3] на примере длинноволнового лазера. полупроводникового В дальнейшем было

выполнено множество исследований с различными СР, чтобы выяснить механизмы формирования ЛМКС и её влияние на физические свойства полупроводниковых материалов. В общих словах формирование ЛМКС происходит посредством спонтанных изменений в компонентном составе пленки в ходе эпитаксиального роста. Таким образом, перпендикулярно направлению роста формируются области в виде квантовых нитей и квантовых точек, пространственно упорядоченных друг относительно друга. При этом длина периода получаемой латеральной модуляции составляла 100 – 400 Å.

В работах [4] – [6] сделан следующий шаг в исследовании ЛМКС в СР на примере 140-периодной СР  $(InAs)_{13}/(GaAs)_{13}$  выращенной на подложке (001)  $GaSb$ . Главная особенность данной СР заключалась в том, что она уже не являлась короткопериодной, толщина периода СР составляла 80 Å, а толщины слоев  $InAs$  и  $GaAs$  по 40 Å. С помощью рентгеновской трансмиссионной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии авторы [5] – [6] показали, что при больших толщинах слоев СР, форма ЛМКС может быть более сложной, чем считалось ранее. Схема похожей ЛМКС приведена на рис. 1.

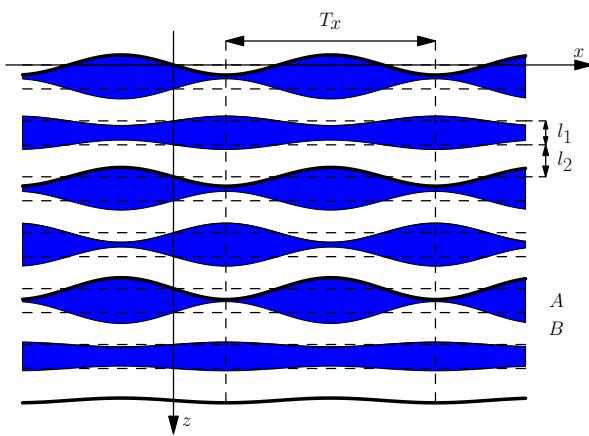


Рис. 1 схема двухкомпонентной СР с ЛМКС

Не смотря на достигнутые успехи в области разработки технологий эпитаксиального роста, по-прежнему крайне важными остаются задачи формирования ЛМКС в СР заданного вида со строгой пространственной периодичностью и последующего точного анализа получаемых материалов. При исследовании СР с ЛМКС, основное внимание уделяется поиску наиболее оптимальных условий и способов роста СР. Как правило, такие исследования выполняются с использованием высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. В настоящий время, трёхкристальная рентгеновская дифрактометрия является мощным, надёжным и неразрушающим методом исследования многослойных гетероструктур. Получаемые с её помощью экспериментальные данные содержат когерентную и диффузную компоненты. Известно, что когерентная компонента рассеяния несёт информацию о состоянии «средней» решётки, а диффузная компонента учитывает случайные флуктуации структуры. Чтобы владеть полной информацией о кристаллической структуре и ее особенностях необходимо вести учёт, как когерентной, так диффузной компоненты рентгеновского рассеяния. Статистическая теория дифракции развитая в работе [7] позволяет с высокой точностью, анализировать получаемые данные с учетом обоих компонент интенсивности рассеяния.

В данной работе с помощью статистической

кинематической теории дифракции получены выражения для расчёта распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решётки. Для расчётов была использована модель двухкомпонентной СР с квантовыми нитями изображённая на рис. 1. Данная СР с ЛМКС состоит из слоёв двух типов — A толщиной со средней толщиной  $l_1$  и B со средней толщиной  $l_2$ . Пунктирными линиями указаны границы слоя для обычной сверхрешётки с плоскими границами. Главная особенность данной СР состоит в том, что латеральная модуляция границ каждого последующего слоя типа A имеет сдвиг вдоль оси x относительно границ предыдущего одноименного слоя на половину длины периода. В результате формируется сложная пространственно-периодическая структура с дополнительной периодичностью в направлении оси z, состоящая из двух слоев типа A и двух слоев типа B. На рис. 1 границы дополнительной пространственно-периодической структуры отмечены жирными линиями. Основное отличие данной модели СР от моделей предложенных в [4] — [6], состоит в возможности флюктуации амплитуды ЛМКС при сохранении постоянства длины периода. Для моделирования границ использована функция синуса  $\phi_p(x) = (\bar{A} + \delta A) \cos(k_x x + \alpha_p)$ , где  $\bar{A}$  — среднее значение амплитуды латеральной модуляции,  $\delta A$  — величина отклонения от среднего значения,  $\alpha_p$  — смещение фазы в слое с номером  $p = 1, \dots, 4$ .

Полученные выражения учитывают когерентную составляющую рассеяния, связанную с параметрами  $T_x$  и  $\bar{A}$ , и диффузную составляющую, связанную с дисперсией  $\xi^2 = \overline{\delta A^2}$ . Методом численного моделирования показано влияние параметров ЛМКС на карты распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решётки (004). На рис. 2 – рис. 4 представлены результаты численного моделирования для СР  $(InAs)_{20}/(GaAs)_{20}$  на подложке (001)  $GaSb$  с параметрами  $T_x = 666 \text{ \AA}$ ,  $\bar{A} = 30 \text{ \AA}$ ,  $\xi = 6 \text{ \AA}$ . Установлено, что в случае, когда плоскость дифракции па-

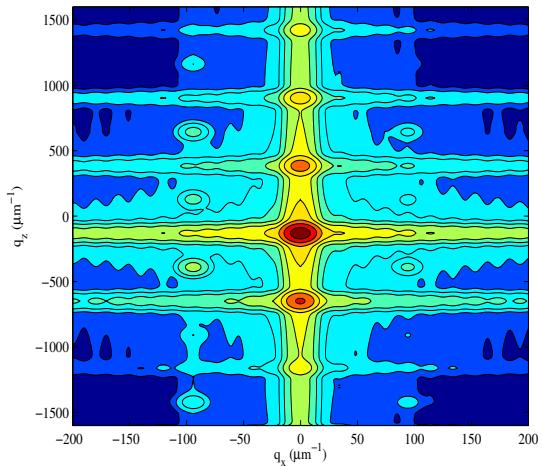


Рис. 3 когерентная компонента интенсивности рассеяния в обратном пространстве параллельна плоскости ( $x, z$ ) на картах распределения интенсивности рассеяния возникают дополнительные пики. Высота дополнительных пикиков увеличива-

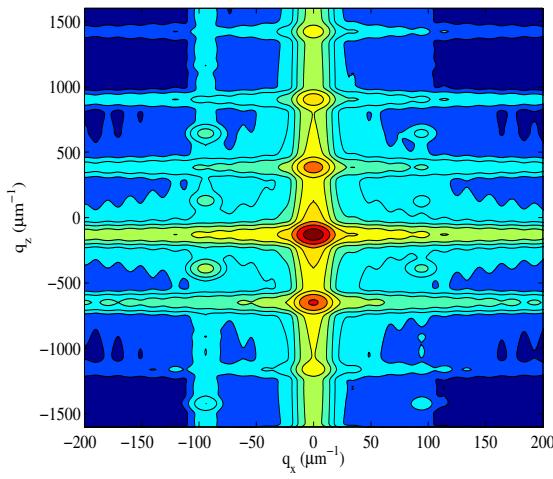


Рис. 2 интенсивность рассеяния в обратном пространстве

вается с ростом величины  $\bar{A}$ , а их положение относительно оси  $q_z$  определяется длиной периода латеральной модуляции  $T_x$  – чем больше  $T_x$ , тем ближе они будут расположены к оси  $q_z$ . Вклад диффузной компоненты рассеяния в общую интенсивность зависит от величины  $\xi^2$ : чем больше  $\xi^2$ , тем сильнее влияние диффузной компоненты. На картах распределения интенсивности рассеяния диффузная компонента проявляется в виде уширения в области дополнительных пикиков.

*Работа выполняется при поддержке про-*

грамм: проект программы Президиума РАН "Рентгеновские и синхротронные исследования композиционных материалов и наноструктур" 12-

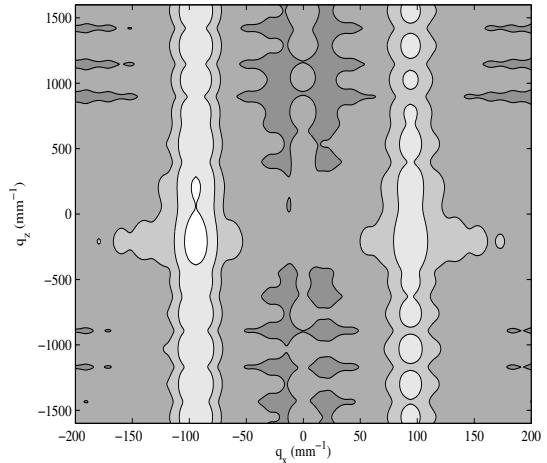


Рис. 4 диффузная компонента интенсивности рассеяния в обратном пространстве

П-1-1014; инициативный проект программы Президиума УрО РАН "Дифракция рентгеновских лучей в структурированных средах: теория и математическое моделирование" 12-У-1-1010.

- [1] Hsieh K.C., Baillargeon J.N. and Cheng K.Y. // Appl. Phys. Lett. 57, 2244 (1990).
- [2] Cheng K.Y., Hsieh K.C., Baillargeon J.N. // Appl. Phys. Lett. 60, 2892 (1992).
- [3] Millunchick J.M., Twisten R.D., Follstaedt D.M. et al // Appl. Phys. Lett. 70, 1402 (1997).
- [4] Stokes D.W., Forrest R.L., Li J.H. et al // Appl. Phys., Vol. 93, No. 1, 311 – 315 (2003).
- [5] Stokes D.W., Forrest R.L., Li J.H. et al // IEE Proc.-Optoelectron., Vol. 150, No 4 (2003).
- [6] Li J.H., Stokes D.W., Wickett J.C. et al // Journal of applied physics, 107, 123504 (2010).
- [7] Nesterets Y.I., Punegov V.I. // Acta Cryst., A56, 540 – 548 (2000).

## РЕШЕНИЕ ЗАДАЧИ ДИФРАКЦИИ СИ НА МДР С УЧЕТОМ ФУНКЦИИ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ КОГЕРЕНТНОСТИ

А.В. Карпов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Отдел математики КомиНЦ УрО РАН, 167982, г. Сыктывкар, ул. Чернова, д. За  
[andrewk@dm.komisc.ru](mailto:andrewk@dm.komisc.ru)

В данной работе представлен теоретический подход решения задачи дифракции жесткого рентгеновского излучения (синхротронного излучения — СИ) на многослойной дифракционной решетке (МДР) в рамках двух волнового кинематического приближения. Основной результат — это численное приближение функции, которая моделирует сателлитные пики вдоль  $q_x$ -направления.

Рассмотрим исходную систему дифференциальных уравнений [1], которая связывает значения амплитуды падающей  $A_0$  и рассеянной  $A_h$  волн:

$$\begin{cases} \frac{\partial A_0}{\partial \mathbf{e}_0} = i a_0 G(\mathbf{r}) A_0(\mathbf{r}), \\ \frac{\partial A_h}{\partial \mathbf{e}_h} = i a_h G(\mathbf{r}) A_0(\mathbf{r}) + i(a_0 G(\mathbf{r}) - \frac{\pi \alpha_h}{\lambda}) A_h(\mathbf{r}). \end{cases}$$

На рис. 1 представлена геометрия дифракции. Считается, что падающая волна имеет волновой вектор  $\mathbf{k}_0$ , а рассеянная —  $\mathbf{k}_h$ , а единичные вектора связаны с ними:  $\mathbf{e}_0 = \mathbf{k}_0 / |\mathbf{k}_0|$  и  $\mathbf{e}_h = \mathbf{k}_h / |\mathbf{k}_h|$ . В уравнениях  $a_0$ ,  $a_0$  и  $a_h$  — динамические коэффициенты многослойного рентгеновского зеркала (МРЗ),  $\lambda$  — длина падающей волны,  $G(\mathbf{r})$  — бинарная функция (принимающая значения либо 0, либо 1), моделирующая профиль дифракционной решетки,  $\alpha_h = (\mathbf{k}_h^2 - \mathbf{k}_0^2) / k^2$  — аккомодация,  $k = 2\pi/\lambda$ .

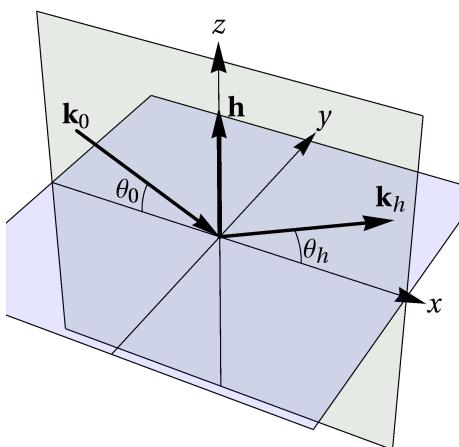


Рис. 1. Геометрия дифракции.

Отметим, что угол  $\theta_h$  зависит от угла  $\theta_0$ . Учитывая, что вектор обратной решетки  $|\mathbf{h}| = 2\pi/d$ , где  $d$  — период МРЗ, перпендикулярен поверхности образца (плоскость XOY), их связь следующая:

$$\begin{cases} \alpha_h = 4 \sin \theta_B (\sin \theta_B - \sin \theta_0), \\ \sin \theta_h = \frac{2 \sin \theta_B - \sin \theta_0}{\sqrt{1 + \alpha_h}}, \end{cases}$$

где  $\theta_B = \arcsin(h/2k)$  — угол Брэгга МРЗ.

Предполагаются следующие граничные условия уравнений:

$$\begin{cases} A_0(x, y, z=T) = A_0(x, y), \\ A_h(x, y, z=0) = 0, \end{cases}$$

где  $T$  — толщина МРЗ.

Считаем, что на достаточно удаленном от образца расстоянии в плоскости дифракции (XOZ) под углом  $\theta_d$  к поверхности образца расположен детектор. Результирующая амплитуда дифрагированной волны, попадающая в детектор, равна:

$$E_d = \iint dx' dy' A_h(x', y', z=T) e^{i x' k (\cos \theta_0 - \cos \theta_d)}.$$

Дальнейший анализ удобно проводить в обратном пространстве, координатами которого выберем проекции вектора отклонения:

$$\begin{cases} q_x = k (\cos \theta_d - \cos \theta_0), \\ q_z = k (\sin \theta_d + \sin \theta_0) - h. \end{cases}$$

Таким образом решение задачи можно записать в следующем виде:

$$E_d = \iint dx' dy' A_0(x', y') e^{-i q_x x'} E_h(x', y').$$

Здесь используем для краткости:

$$E_h(x, y) = \frac{i a_h}{\sin \theta_h} \int_0^T dz' G(x', y, z') \times e^{i((n - q_x \operatorname{ctg} \theta_0)(T - z') - i a_0 w_0(x', y, z') + i a_h w_h(x', y, z'))},$$

$$x' = x + (T - z') \operatorname{ctg} \theta_0.$$

Параметр

$$\eta = -\frac{\pi \alpha_h}{\lambda \sin \theta_h} - q_x \operatorname{ctg} \theta_h$$

в первом приближении для рассматриваемой геометрии дифракции равен  $q_z$ .

В решении используются функции пути для проходящей и дифрагированной волн:

$$\begin{cases} w_0(x, y, z) = \int_z^T \frac{dz'}{\sin \theta_0} G(x - (z' - z) \operatorname{ctg} \theta_0, y, z'), \\ w_h(x, y, z) = \int_z^T \frac{dz'}{\sin \theta_h} G(x + (z' - z) \operatorname{ctg} \theta_h, y, z'). \end{cases}$$

Функция пути — это расстояние, которое проходит падающая (дифрагированная) волна от поверхности (от точки  $(x, y, z)$ ) до точки  $(x, y, z)$  (до поверхности) через рассеивающее вещество многослойной дифракционной решетки.

Интенсивность рассеяния, регистрируемая детектором, равна  $I_d = \langle |E_d|^2 \rangle$ , то есть:

$$I_d = \iint dx' dy' \iint dx'' dy''' e^{iq_x(x''-x')} \\ \times \langle E_h(x', y') \dot{E}_h(x'', y'') \rangle \\ \times \langle A_0(x', y') \dot{A}_0(x'', y'') \rangle.$$

Чтобы упростить дальнейший анализ, выберем простую модель дифракционной решетки — идеальная решетка с прямоугольной формой штриха. Для этой модели бинарную функцию можно разложить в ряд Фурье:

$$G(x, y, z) = \sum_{n'} D_{gr} \operatorname{sinc}(\pi D_{gr} n') e^{i \kappa n' x}.$$

Коэффициент заполнения  $D_{gr} = B/P$ ,  $B$  — ширина штриха,  $P$  — период дифракционной решетки,  $\kappa = 2\pi/P$ . В качестве еще одного упрощения предложим:

$$\begin{cases} w_0(z) \approx \frac{D_{gr}}{\sin \theta_0} (T - z), \\ w_h(z) \approx \frac{D_{gr}}{\sin \theta_h} (T - z). \end{cases}$$

В результате получаем:

$$I_d = \sum_{n'} \sum_{n''} E_{h,n'} \dot{E}_{h,n''} F_{n',n''}(q_x).$$

Здесь для краткости используем:

$$E_{h,n} = \frac{a_h D_{gr} \operatorname{sinc}(\pi D_{gr} n)}{\sin \theta_h} \frac{e^{i(\eta - (q_x - \kappa n) \operatorname{ctg} \theta_0 + a)T} - 1}{\eta - (q_x - \kappa n) \operatorname{ctg} \theta_0 + a},$$

коэффициент  $a = D_{gr} (a_0 / \sin \theta_0 + a_0 / \sin \theta_h)$ ,

$$F_{n',n''}(q_x) = \iint dx' dy' \iint dx'' dy''' e^{i(\kappa n' - q_x)x'} \\ \times e^{i(q_x - \kappa n'')x''} \Gamma(x', y', x'', y''),$$

где  $\Gamma(x', y', x'', y'') = \langle A_0(x', y') \dot{A}_0(x'', y'') \rangle$  — функция пространственной когерентности [2].

Следующий шаг анализа — модель падающего пучка СИ на образец. Пусть в сечении пучка (рис. 2) комплексная амплитуда падающей волны описывается функцией  $A_s(x_s, y) e^{i\phi(x_s, y)}$ . Таким образом падающая волна засвечивает поверхность образца амплитудой

$$A_0(x, y) = A_s(x \sin \theta_0, y) e^{i\phi(x \sin \theta_0, y)}.$$

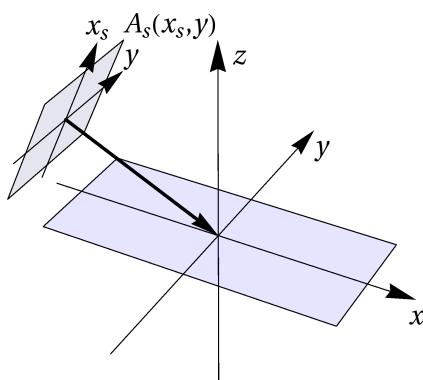


Рис. 2. Модель падающей волны.

Обычно на выходе из монохроматора пучок синхротронного излучения коллимируется щелями. Не учитывая дифракцию волн на щелях, полагаем, что амплитуда  $A_s$  постоянна и пространственно ограничена по вертикали размером  $g_v$  (размер щели) и горизонтали —  $g_h$ .

Сделаем предположение о том, что фаза  $\phi$  в каждой точке плоскости сечения падающего пучка СИ является случайной величиной, которая имеет равномерное распределение на отрезке  $[-\pi, \pi]$ . Также можно предположить, что фазы  $\phi' = \phi(x' \sin \theta_0, y')$  и  $\phi'' = \phi(x'' \sin \theta_0, y'')$ , т. е. фазы в двух разных точках сечения пучка, могут коррелировать друг с другом и их статистическая связь выражена коэффициентом корреляции  $\rho$ .

В результате этих предположений приходится рассматривать выражение вида:  $\langle e^{i(\phi' - \phi'')} \rangle$ . К сожалению, на данный момент трудно предложить какой либо вариант совместного распределения двух равномерно распределенных случайных величин с заданным коэффициентом корреляции  $\rho$ . Поэтому будем использовать интуитивное равенство:  $\langle e^{i(\phi' - \phi'')} \rangle = \langle e^{i(1-\rho)\varphi} \rangle$ , где  $\varphi$  — случайная величина с равномерным распределением на отрезке  $[-\pi, \pi]$ . Последнее выражение может быть легко вычислено:

$$\langle e^{i(1-\rho)\varphi} \rangle = \operatorname{sinc}(\pi - \pi\rho).$$

Можно предложить следующую закономерность для коэффициента корреляции:  $\rho = e^{-r/\xi_t}$ , где  $\xi_t$  — попечальная длина когерентности, а  $r = \sqrt{(x' - x'')^2 \sin^2 \theta_0 + (y' - y'')^2}$  — расстояние между двумя точками в пучке СИ. В работе [3] дана следующая оценка попечальной длины когерентности СИ:  $\xi_t = R\lambda/(2D)$ , где  $R$  — расстояние от источника СИ до объекта,  $D$  — эффективный размер источника (ондулятора).

Предварительные расчеты показали, что вклад членов суммы в решение со множителями  $F_{n',n''}(q_x)$  при  $n \neq n''$  не значителен. Поэтому обратим внимание только на члены суммы в решении со множителем  $F(q_x - \kappa n') = F_{n',n'}(q_x)$ , который можно записать в следующем виде:

$$F(q) = \frac{\xi_t^4}{\sin^2 \theta_0} F\left(\frac{q \xi_t}{\sin \theta_0}, m_v, m_h\right),$$

где  $m_v = g_v/(2\xi_t)$ ,  $m_h = g_h/(2\xi_t)$ . Здесь используется следующее определение нормализованной функции:

$$F(q, m_1, m_2) = \int_{-m_1}^{m_1} dx' \int_{-m_1}^{m_1} dx'' \int_{-m_2}^{m_2} dy' \int_{-m_2}^{m_2} dy''' \\ \times e^{i q (x'' - x')} \operatorname{sinc}\left(\pi - \pi e^{-\sqrt{(x'' - x')^2 + (y'' - y')^2}}\right).$$

В этом случае решение примет простой вид:

$$I_d = \sum_{n'} |E_{h,n'}|^2 F(q_x - \kappa n') \approx |E_{h,n}|^2 F(q_x - \kappa n),$$

где  $n = \operatorname{round}(q_x/\kappa)$ .

Функция  $F(q, m_1, m_2)$  может быть вычислена только численным методом. Тем не менее найдено хорошее ее приближение в области  $m_1, m_2 \geq 3$ :

$$F(q, m_1, m_2) \approx F(0, m_1, m_2)$$

$$\times \left( \frac{1}{1 + a_2 q^2 + a_4 q^4 + a_6 q^6} + \frac{b q^2}{1 + b q^2} \frac{1}{1 + b_2 q^2} \right),$$

$$F(0, m_1, m_2) = 12.59 - 17.47(m_1 + m_2) + 28.87 m_1 m_2,$$

$$\begin{aligned}
a_2 &= 1.395 \left( 1 - \frac{1}{-0.391 + 0.455 \sqrt{m_1} + 0.816 m_1} \right) \\
&\quad \times \left( 1 - \frac{0.294}{m_2} + \frac{0.481}{m_1^2 m_2} \right), \\
a_4 &= 0.1899 \left( 1 - \frac{1}{3.85 - 1.28 \sqrt{m_1} + 0.68 m_1} \right) \\
&\quad \times \left( 1 - \frac{0.568}{m_2} + \frac{0.375}{m_1^2 m_2} \right), \\
a_6 &= 0.00504 \left( 1 - \frac{1}{1.572 - 1.128 \sqrt{m_1} + 0.538 m_1} \right) \\
&\quad \times \left( 1 - \frac{0.183}{m_2} + \frac{1.852}{m_1^2 m_2} \right), \\
b &= 0.06 \left( 1 - \frac{131}{m_1^3} + \frac{92.2}{m_1^2} - \frac{11.7}{m_1} + 0.0169 m_1 \right) \\
&\quad \times \left( 1 - \frac{1}{1 + a_b \sqrt{m_2} + b_b m_2} \right), \\
a_b &= -1.212 + \frac{16663}{m_1^6} - \frac{21839}{m_1^5} + \frac{10089}{m_1^4} - \frac{1888}{m_1^3} \\
&\quad + \frac{79.56}{m_1^2} + \frac{7.856}{m_1}, \\
b_b &= 0.9578 - \frac{18545}{m_1^6} + \frac{24258}{m_1^5} - \frac{11417}{m_1^4} + \frac{2303}{m_1^3} \\
&\quad - \frac{152.2}{m_1^2} - \frac{0.117}{m_1}, \\
b_2 &= 1.396 + 3.038 (m_1 - 1) \left( 1 - \frac{0.1402}{m_2} - \frac{0.2482}{m_1^2 m_2} \right).
\end{aligned}$$

На рис. 3 показан в качестве примера вид этой функции и её составляющие. На «хвостах» она ведет себя как функция  $1/(1+a x^2)$ . Около нуля — как  $\exp(-a x^2)$ , а если быть более точным — как функция вида  $1/(1+a x^2+b x^4+c x^6)$ .

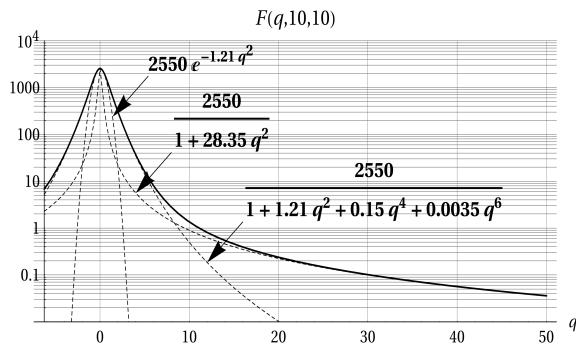


Рис. 3. Вид функции  $F(q, m_1, m_2)$ .

На рис. 4 показана карта интенсивности рассеяния, вычисленная для Ni/C МДР. Параметры МДР можно найти в работе [4]. На рис. 5 представлено  $q_x$  — сечение главного пика (толстая линия). В расчетах использовали параметры:  $\xi_t = 1 \text{ мкм}$ ,  $g_v = g_h = 10 \text{ мкм}$ ,  $\lambda = 0.154 \text{ нм}$ ,  $D_{gr} = 0.4$ ,  $T = 80 \text{ нм}$ ,  $P = 830 \text{ нм}$ .

Если считать, что на образец падает плоская монохроматическая волна, в сечении пучка которой фаза  $\phi$  постоянна, например как в работе [5], то функция

$$F(q) = \frac{\hat{g}_h^2 \hat{g}_v^2}{\sin^2 \theta_0} \operatorname{sinc}^2 \left( \frac{q \hat{g}_v}{2 \sin \theta_0} \right).$$

Этот случай на рис. 5 обозначен тонкой линией для сравнения. Для данных расчетов были выбраны  $\hat{g}_v = 3.63 \text{ мкм}$  и  $\hat{g}_h = 6.52 \text{ мкм}$ .

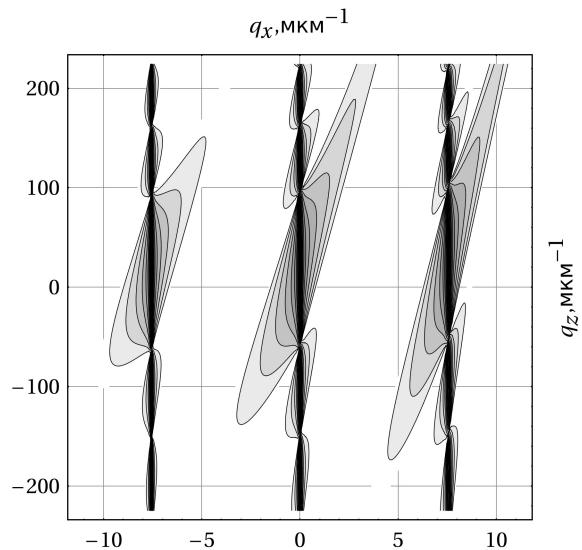


Рис. 4. Карта распределения интенсивности рассеяния  $I_d(q_x, q_z)$ .

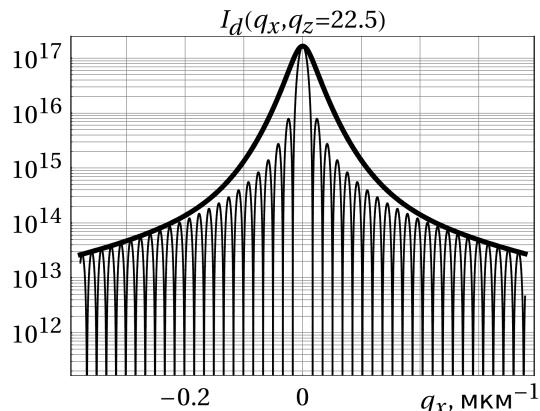


Рис. 5. Сечение карты вдоль  $q_x$ .

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014, программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

- [1] Nesterets Ya.I., Punegov V.I. // Acta Cryst. (2000). V.A56. P.540-548.
- [2] Бушуев В.А. // IV международный научный семинар «Современные методы анализа дифракционных данных». В.Новгород, 2008. С.74.
- [3] Островский Б.И. // Природа. 2002. №7. С.34-43.
- [4] Chernov V.A., Erofeev V.I., Chkalo N.I., Kovalenko N.V., Mytnichenko S.V. // Nucl. Instr. and Meth. In Phys. Res. A 405 (1998). P.310-318.
- [5] Пунегов В.И., Карпов А.В. // Известия РАН. Серия физическая. 2005. Т.69, №2. С.216-219.

# ПЛАСТИЧЕСКАЯ РЕЛАКСАЦИЯ НАПРЯЖЕНИЙ НЕСООТВЕТСТВИЯ В ВВЕДЕНИЕМ ДИСЛОКАЦИЙ В ПЛОСКОСТЬ ИНТЕРФЕЙСА (111)

**М.М. Качанова, Е.М. Труханов, И.Д. Лошкарев**

Институт Физики Полупроводников им. А.В.Ржанова СО РАН, 630090, Новосибирск, пр.Лаврентьева, 13  
trukh@isp.nsc.ru

Работа посвящена изучению механизма введения дислокаций несоответствия (ДН) по плоскостям скольжения, параллельным границе раздела (ГР). Модельные представления, впервые предложенные Мэтьюзом [1], в литературе подробно исследованы лишь для варианта скольжения ДН по наклонным плоскостям. ДН вводятся под действием нормальных напряжений пленки  $\sigma_h = \sigma_{xx} = \sigma_{yy}$  (ось Oz принята перпендикулярной ГР). Эта модель позволяет определить критическую толщину сплошной пленки  $h_c$ , при которой становится энергетически выгодным образование ДН. Особенность исследуемой проблемы состоит в том, что напряжения  $\sigma_h$  обусловливают возникновение сдвиговых напряжений только в наклонных плоскостях скольжения {111} и не оказывают действия на ДН, скользящие параллельно интерфейсу (111). Действие на такие ДН возникает вблизи края пленки или образца, что и проанализировано в данной работе.

Рассмотрим прямолинейный край пленки. Его проекцию на плоскость скольжения  $xOy$  примем в качестве оси  $0y$ . Вблизи  $0y$  возникает максимальный уровень сдвиговых напряжений  $\sigma_{xz}$ . Если край пленки является одиночным, то величина  $\sigma_{xz}$  стремится к нулю при  $x \rightarrow \infty$ . ДН могут формироваться как дислокациями, скользящими в подложке, так и в пленке. В подложке ДН зарождаются в виде замкнутых петель, в первом приближении симметрично расположенных относительно  $0y$ . В пленке они возникают в виде полупетель, концы которых выходят на боковую поверхность пленки. В любом варианте, после зарождения полупетля (или петля) вытягивается вдоль  $0y$ . В произвольной точке равновесной дислокационной линии справедлива формула [2],

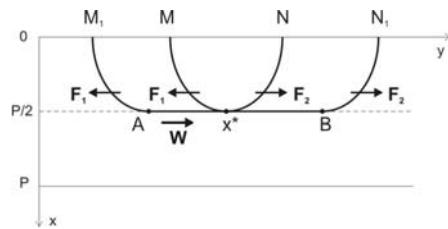
$$R=W/(b\sigma_b), \quad (1)$$

где  $R$  – радиус кривизны,  $W$  – энергия дислокации единичной длины, равная силе линейного натяжения,  $\sigma_b$  – проекция сдвиговых напряжений  $\sigma_{xz}$  на вектор Бюргерса дислокации  $b$ . Рассмотрим равновесную полупетлю, введенную в ГР из пленки. Пусть толщина пленки  $h$  существенно превышает критическую  $h_c$  для образования ДН. Тогда у полупетли, две

точки которой принадлежат оси  $0y$ , наиболее удаленная от этой оси точка  $x=x^*$  определяется условием [3]

$$W = b \int_0^{x^*} \sigma_b dx, \quad (2)$$

причем при  $h \rightarrow h_c$  значение  $x^* \rightarrow \infty$ , т.е. размер полупетли неограниченно увеличивается в направлении  $0x$  (соответственно, и в направлении  $0y$ ). В выражении (2) через  $\sigma_b$  обозначена проекция  $\sigma_{xz}$  на вектор Бюргерса дислокации.



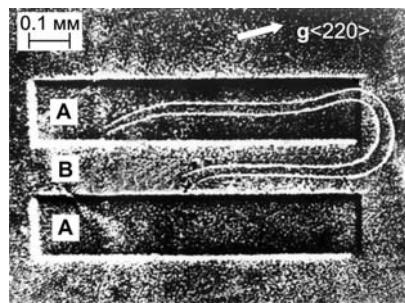
**Рис.1.** Схема введения в ГР (111) дислокации несоответствия АВ вдоль осевой линии эпитаксиальной полоски пленки

Теперь рассмотрим островок в виде полоски пленки, края которой расположены на линиях  $x=0$  и  $x=P$  (рис.1). Вблизи этих линий значения сдвиговых напряжений являются экстремальными, они равны по модулю и противоположны по знаку. В результате суперпозиции напряжений, создаваемых этими двумя краями, вдоль линии  $x=P/2$  будет выполняться  $\sigma_{xz} = \sigma_b = 0$ . Для полупетли, возникшей вблизи края полоски пленки, при  $h \rightarrow h_c$  значение  $x^* \rightarrow P/2$ . Такая полупетля на рис.1 обозначена  $Mx^*N$ . Для варианта пленки в виде полоски наиболее понятен физический смысл выражения (2), позволяющего вычислить значение  $h_c$ . Он аналогичен развитому в [1] и заключается в том, что при  $h=h_c$  полупетле  $Mx^*N$  (рис.1) становится энергетически выгодным в точке  $x^*$  сформировать прямолинейный участок дислокации несоответствия АВ. Левая часть выражения (2) – это сила линейного натяжения  $W$  прямолинейной дислокации несоответствия АВ. Правая часть выражения определяет две равные по модулю и противоположные по направлению

упругие силы  $F_1 = -F_2$ , которые параллельны  $Oy$  и действуют на участки полупетли  $Mx^*$  и  $x^*N$ , расположенные по разные стороны от точки  $x^*$ . Эти дислокации аналогичны пронизывающим дислокациям в классической модели [1]. При  $h=h_c$  справедливо  $|F|=W$ , и в результате скольжения правого и левого участков полупетли в противоположные стороны становится возможным удлинение прямолинейной дислокации АВ вдоль линии  $x=P/2$ . Дислокация несоответствия АВ может быть сформирована полупетлей, зародившейся как под краем пленки  $x=0$ , так и под краем  $x=P$ . В результате многократного зарождения и эволюции таких полупетель происходит накапливание параллельных ДН в области ГР (111) островка.

Для определения  $h_c$  с помощью выражения (2) необходимо знание функции  $\sigma_b(x)$ . Обозначим через  $\beta$  угол между  $Oy$  и вектором Бюргерса  $b$ , тогда  $\sigma_b(x)=\sigma_{xz} \sin \beta$ . Если моделировать действие края пленки тангенциальной нагрузкой  $S=\sigma_h h=2fhG(1+v)/(1-v)$ , приходящейся на единицу длины края пленки [4, 5], то можно получить аналитическое выражение  $\sigma_{xz}=-2S x^2 z / [\pi(x^2+z^2)^2]$ .

Дислокационный интерфейс (111) может формироваться в результате эволюции дислокаций, возникающих как в островке пленки, так и в подложке. Если плоскость скольжения, в которой накапливаются ДН, принадлежит подложке, дислокации имеют отчетливо выраженную криволинейную форму (рис.2). Это обусловлено тем, что они снимают напряжения несоответствия как под островком, так и под открытый участком подложки, где знаки напряжений противоположны. Наибольшую кривизну дислокации имеет под краем островка, т.е. в области экстремальных  $\sigma_{xz}$ . Для наблюдения указанных особенностей удобна гетеросистема с аморфной пленкой, поскольку в пленке дислокации в принципе не возникают и не осложняют регистрацию дислокаций подложки. Пример приведен на рентгеновской топограмме, полученной методом аномального прохождения рентгеновских лучей (рис.2). Через А обозначены два прямоугольных островка  $Si_3N_4$ , в которых после синтеза на Ge(111) произошла структурная перестройка, сопровождающаяся усадкой пленки и возникновением напряжений несоответствия. Через В обозначен прямоугольный открытый участок, разделяющий два островка. На рисунке приведены две концентрически расположенные дислокации, скользящие в общей плоскости. Их незамкнутая форма обусловлена выходом дислокаций на поверхность подложки или на ГР в результате поперечного скольжения. Вдоль длинных сторон прямоугольников дислокации сформировали прямолинейные участки, аналогичные дислокациям несоответствия АВ на рис.1.



**Рис.2.** Рентгеновская топограмма (CuK $\alpha$  излучение,  $g<220>$ ), полученная от гетеросистемы кристаллическая подложка Ge(111)/островки аморфной пленки  $Si_3N_4$ ; через А обозначены два островка пленки, через В обозначен открытый участок подложки

Расстояние между участками определяется из условия равновесия между силой, сближающей дислокации (она обусловлена действием напряжений  $\sigma_b$ ), и силой междислокационного отталкивания. Из анализа этого условия равновесия определяется величина  $\sigma_b$  вдоль двух линий, параллельных АВ (рис.1) и удаленных от осевой линии полоски на расстояния  $\Delta x=\pm 0.02$  мм (рис.2). Вблизи краев островков дислокации искривляются, что дало возможность по формуле (1) вычислить  $\sigma_b$  вблизи краев пленки, что составило  $(5\div7)\cdot10^5$  Н/м $^2$ . С использованием формулы (2) определена критическая толщина пленки ( $h_c=0.17$  мкм) для введения ДН, когда справедливо  $|F|=W$ . Поскольку дислокации возникают не под всеми островками (на нижнем островке А на рис.2 дислокации отсутствуют), то толщина пленки на исследованных образцах (0,12 мкм) действительно близка к критической.

Работа выполнена при поддержке РФФИ проекта № 12-02-01128-а и Интеграционного междисциплинарного проекта СОРАН № 72.

[1] J.W. Matthews, A.E.J. Blakeslee, S. Mader. Thin Solid Films, 33, 253 (1976)

[2] E.M. Trukhanov, S.I. Stenin. Phys. Stat. Sol (a), 66, 591 (1981)

[3] Бабенкова С.Л., Труханов Е.М. Поверхность, №8, 59 (1989) , №8, с. 59-65

[4] S. Isomae J. Appl. Phys. 52, 2782, (1981)

[5] A.A. Fischer and H. Richter J. Appl.Phys., 75, 657 (1994)

# СИНХРОТРОННО-НЕЙТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ И ПАЛЕОНТОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

Е.С.Коваленко<sup>1</sup>, А.А.Калоян<sup>1</sup>, А.В.Пахневич<sup>2</sup>, К.М.Подурец<sup>1</sup>,  
В.А.Соменков<sup>1</sup>

<sup>1)</sup> Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

<sup>2)</sup> Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН, Москва

[podurets@yandex.ru](mailto:podurets@yandex.ru)

Рентгеновская томография как метод получения трехмерных изображений объекта используется в различных областях, однако зачастую возникает проблема недостаточности контраста веществ, составляющих тот или иной объект. Для объектов, состоящих из различных минеральных компонентов, таких, как например, ископаемые объекты вымершей флоры и фауны, наблюдение внутреннего строения оказывается затруднительным из-за низкой контрастности компонентов [1]. Путем решения данной проблемы является применение фазочувствительных методов либо применение иных видов проникающего излучения, например, тепловых нейтронов. Взаимодействие нейтронов с веществом [2] отличается от такового для рентгеновских лучей (Рис. 1), например, водородсодержащие вещества обладают сильным поглощением, и поэтому можно ожидать существенного изменения результатов томографического исследования одних и тех же объектов на нейтронах по сравнению с рентгеновскими лучами. Кроме того, в большинстве случаев нейтроны имеют большую проникающую способность и позволяют исследовать образцы большего размера по сравнению с рентгеновскими лучами. В данной работе приводятся результаты экспериментов по синхротронно-нейтронной томографии минералов и палеонтологических объектов, выполненные на источниках Курчатовского института.

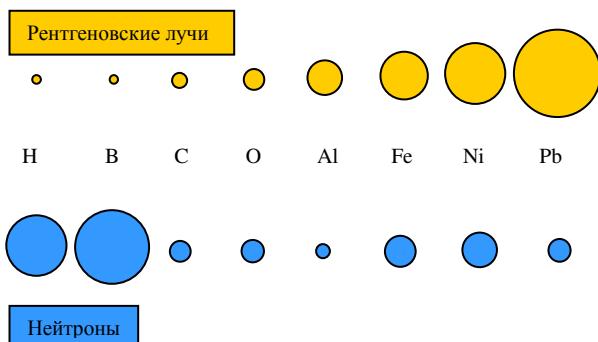


Рис. 1. Зависимость коэффициента поглощения тепловых нейтронов и

рентгеновского излучения от атомного номера элемента

## 1. Методика экспериментов

В экспериментах использовали синхротронные станции «ЛИГА» - для томографии крупных объектов на белом пучке, и станцию «Медиана» - для томографии в условиях рефракционного контраста, а также установку для нейтронной томографии на монохроматическом пучке тепловых нейтронов, сформированном кристаллом-монохроматором Cu (111). Для регистрации проекций использовали двухкоординатные детекторы на базе поликристаллических сцинтилляторов (CsI для СИ, ZnS(Ag)+<sup>6</sup>LiF для нейтронов) и ПЗС-камер размерностью 1024x1024 элемента, пространственное разрешение варьировало от 50 до 300 мкм. Как правило, съемка заключается в регистрации 360 проекций с шагом 0.5°. Первоначальная обработка проекций (очистка от шума, учет фона и неоднородностей пучка, нормировка, сшивка), а также восстановление срезов по проекциям выполняли методом свертки и обратного проецирования с помощью макросов программы ImageJ [3].

## 2. Шкала контрастности минералов

В работе [1] была построена шкала контрастности минералов и горных пород применительно к рентгеновской томографии. Объекты были разбиты на несколько групп, внутри которых минералы обладают слабой контрастностью. Обращает на себя внимание то, что некоторые из минералов, входящих в одну и ту же группу, являются кристаллогидратами, а другие таковыми не являются. Соответственно, можно ожидать существенного контраста между данными минералами в нейтронной томографии. Кроме водорода, имеются и другие элементы, поглащающие нейтроны заметно сильнее других, например, хлор, серебро, никель. Примеры сравнительных томограмм образцов минералов, основанных на различиях в поглощении нейтронов, приведены на Рис. 3. В дальнейшем можно ожидать построения полной шкалы нейтронной контрастности минералов.

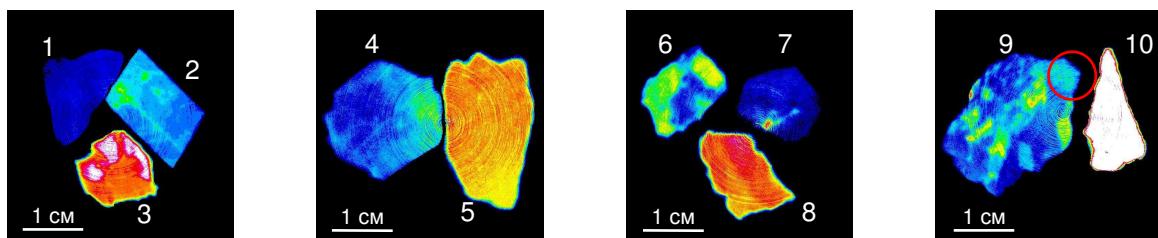


Рис. 3. Сравнительная томография групп минералов, горных и осадочных пород, неразличимых в стандартной рентгеновской томографии: 1) сера S, 2) кальцит  $\text{CaCO}_3$ , 3) галит  $\text{NaCl}$ , 4) кварц  $\text{SiO}_2$ , 5) глина, 6) сфалерит  $\text{ZnS}$  (зерна сфалерита отмечены на томограмме желтым цветом), 7) пирит  $\text{FeS}_2$ , 8) гематит  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 9) корунд  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (отмечен кружком) в гнейсе, 10) гипс  $\text{CaSO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ .

### 3. Томография крупных брахиопод

Брахиоподы являются классом животных, изучение которых имеет большое значение, в частности, для стратиграфии. При этом исследование образцов размером 5-10 см на лабораторных томографах затруднительно. Поэтому было проведено исследование ряда образцов на белом пучке СИ и на нейтронах. Во всех образцах определялись форма и строение раковины, а также сохранность ручного аппарата. В частности, были исследованы крупные ископаемые брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (Licharev, 1943) (отложения верхней перми, уржумского яруса, п-ова Канин) (Рис. 4). Были обнаружены хорошо сохранившиеся ручные аппараты животных, имеющие вид спиралей.

### 4. Томография с рефракционным контрастом

Наиболее значительного усиления контраста при исследовании слабопоглощающих объектов можно достичь с применением метода рефракционной интроскопии [4], основанного на том, что рентгеновские лучи, проходящие через объект, преломляются на границах раздела, На

картинах пропускания, получаемых стандартными методами, это никак не сказывается из-за малости углов отклонения. Однако при использовании рентгенооптической схемы с угловым разрешением на уровне долей угловой секунды преломление лучей в объекте оказывает существенное влияние на формирование изображения объекта прошедшим через него пучком. Это происходит при последовательном отражении излучения от двух совершенных кристаллов, с образцом, расположенным между ними. Поскольку отражательная способность монокристаллов невелика, практическое осуществление метода возможно только на источниках СИ.

Методом рентгеновской томографии с рефракционным контрастом были изучены образцы ископаемых иглокожих и брахиопод. Результаты съемки сравнивали с аналогичными, полученными на лабораторном микротомографе Skyscan 1172. Во всех случаях наблюдалось значительное повышение информативности изображений по сравнению с абсорбционной съемкой (Рис. 3). По-видимому, это может быть связано с вариацией пористости объекта, никак не проявляющейся при стандартной съемке.

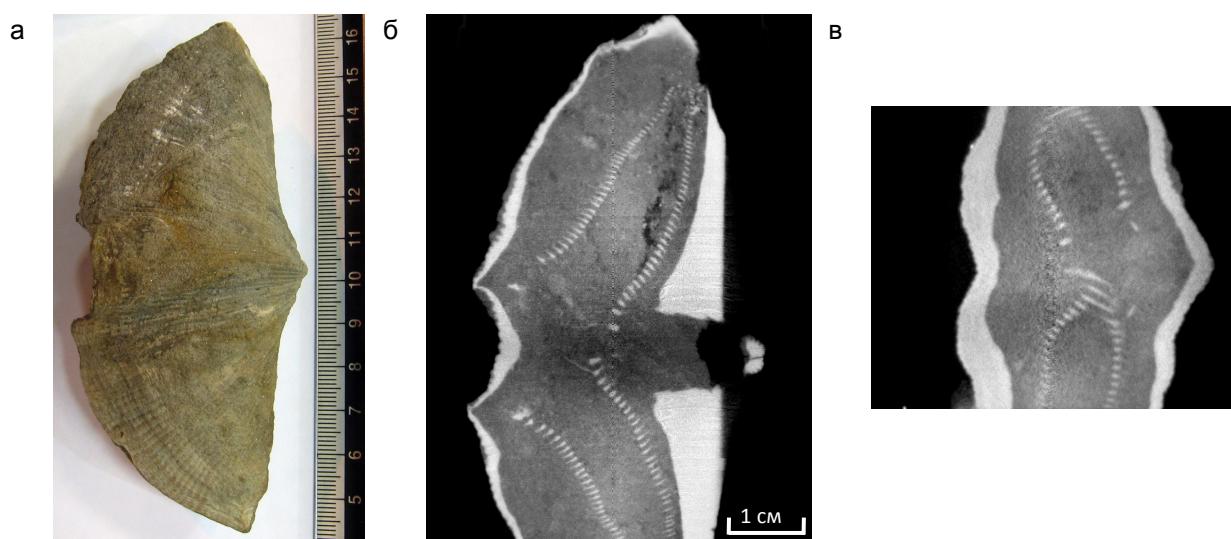
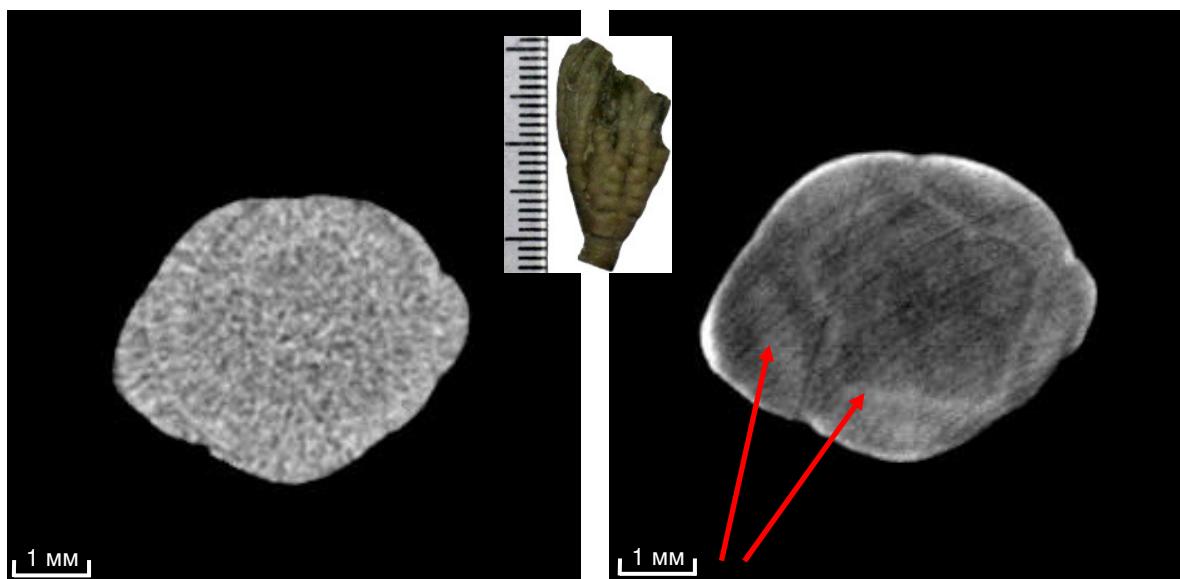


Рис.4 Фотография крупной брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (экз. ПИН 4900/78) (а) и ее восстановленные сечения при съемке на белом пучке СИ (б) и на нейтронах (в).



*Рис.3. Образец морской лилии *Ristnacrinus* sp. (из отложений верхнего ордовика Эстонии): внешний вид и сравнение близких сечений, полученных методом рефракционного контраста и стандартным методом. Стрелками указаны структуры, выявляемые рефракционным методом.*

## 5. Заключение

Таким образом, на источниках нейtronов и СИ Курчатовского института развит комплекс методов, позволяющий исследовать внутреннее строение различных минеральных объектов и в широких пределах варьировать условия томографической съемки, оптимизируя параметры эксперимента с учетом тех или иных особенностей изучаемого объекта. Методы дополняют друг друга при изучении малоконтрастных объектов геологического и палеонтологического происхождения. Синхротронные исследования выполнены при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы», государственные контракты № 16.552.11.7055 и № 14.518.11.7033, на оборудовании ЦКП «Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий».

## Список литературы:

1. А.В. Пахневич, Минералогические перспективы. 2011. с. 124-125.
2. Н.Д. Тюфяков, А.С. Штань, Основы нейтронной радиографии, М.: Атомиздат. 1975. 256с.
3. W.S. Rasband, ImageJ [Электронный ресурс] // U.S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, 1997-2011: сайт. URL: <http://imagej.nih.gov/ij/>
4. К.М. Подурец, В.А. Соменков, С.Ш. Шильштейн // ЖТФ. 1989. т. 58, № 6. С.115-121.

# ОТРАЖЕНИЕ ВОЛНЫ ОТ ПОТЕНЦИАЛЬНОГО БАРЬЕРА

И. В. Кожевников

Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия  
e-mail: ivk@crys.ras.ru

Рассматривается общий формализм для описания отражения волны от произвольного потенциального барьера (или ступеньки) на основе аппарата характеристических матриц (ХМ). Элементы ХМ выражаются через амплитудные коэффициенты отражения и прохождения волн, падающих на барьер слева ( $r, t$ ) или справа ( $\tilde{r}, \tilde{t}$ ) следующим образом:

$$M = \begin{pmatrix} 1 & -\frac{\tilde{r}}{t} \\ \frac{r}{t} & \frac{\tilde{t}-\tilde{r}\tilde{r}}{\tilde{t}} \end{pmatrix} \quad (1)$$

Разобьем потенциал, показанный на рис.1а, на несколько частей. Принцип разбиения понятен из рис.2б-д. Тогда ХМ всего потенциального барьера представляется в виде произведения ХМ его частей:

$$M = \prod_j M_j \quad (2)$$

причем  $M$  не зависит от постоянных значений потенциалов  $U_j$  ( $j = 1, 2$  на рис.1).

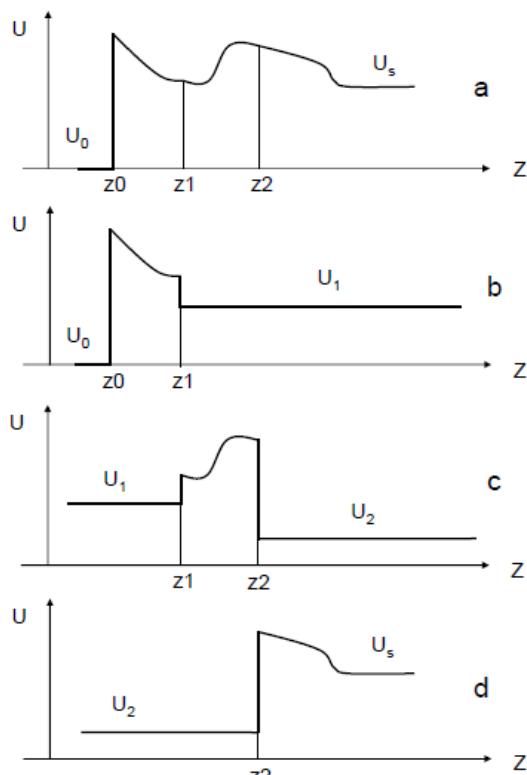


Рисунок 1

В докладе, основываясь на представлении (1)-(2) для ХМ потенциального барьера, обсуждаются следующие вопросы:

Является ли множество ХМ группой?

Как написать рекуррентную формулу для коэффициента отражения, отличную от формулы Пардтта, но такую же простую?

Правомерно ли использование фактора Нево-Кроса (НК) в пардттовских формулах для отражения волны от шероховатой слоистой среды? Этот вопрос впервые был сформулирован и проанализирован в работе [1].

Насколько справедливо использование фактора НК в случае, когда функция распределения высот шероховатостей отличается от гауссовой? Показано, что в предельном случае стремящегося к нулю радиуса корреляции высот шероховатостей коэффициент отражения при больших углах скольжения может на порядки отличаться от значения, предсказываемого фактором НК. Как имеющиеся экспериментальные данные, так и существующие теории роста/эррозии поверхности часто демонстрируют отличие закона распределения шероховатостей от нормального. Поэтому справедливость всех теорий отражения рентгеновского излучения от шероховатых поверхностей, где предполагается нормальное распределение высот шероховатостей, вызывает обоснованные сомнения.

Показано, что аппарат ХМ позволяет получить дифференциальные уравнения нового типа для коэффициентов отражения и прохождения. Представлено формальное их решение для произвольного потенциального барьера (или ступеньки).

Получено точное аналитическое выражение для коэффициента отражения волны от периодической многослойной структуры с произвольным распределением диэлектрической проницаемости внутри периода, выраженное через коэффициенты отражения и прохождения одиночного периода.

Из представления (1)-(2) выведена асимптотическая формула для коэффициента отражения при больших энергиях падающей частицы (больших углах скольжения), существенно превосходящая по точности хорошо известное выражение, полученное в рамках борновского приближения.

[1] В.А. Бушуев, А.Г. Сутырин. Поверхность, № 1, 82 (2000).

# ТЕОРИЯ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ПРИ СКОЛЬЗЯЩИХ УГЛАХ ПАДЕНИЯ НА ШЕРОХОВАТЫЕ ФРАКТАЛЬНЫЕ ПОВЕРХНОСТИ

И.В. Кожевников, Ф.Н. Чуховский

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,  
119333, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский пр., дом 59.  
e-mail: tschoukhowski@hotmail.com

В настоящее время измерения угловых и спектральных зависимостей коэффициента отражения жесткого и мягкого рентгеновского излучения широко используются в качестве эффективного неразрушающего инструмента для исследования поверхностных границ раздела и многослойных структур вещества [1-4]. Важно, что эти измерения, в принципе, позволяют определить распределение диэлектрической проницаемости [5, 6], атомной концентрации химических элементов и структуру химических связей в веществе [7] с субнанометровым разрешением по глубине.

Ясно, что в действительности никакая граница поверхности раздела вещества не является идеально плоской, а ее статистические шероховатости приводят к дополнительному рассеянию и соответственно изменению кривой отражения для рентгеновского излучения.

На рис. 1 показана общая схема геометрии отражения и рассеяния плоской волны рентгеновских лучей при скользящем угле падения  $\theta_0$ .

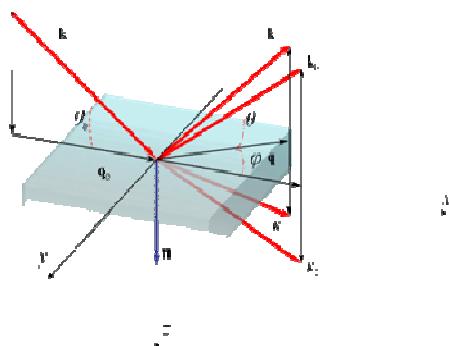


Рис. 1. Соответственно:  $|R_{coh}(\theta_0)|^2$  и  $|T_{coh}(\theta_0)|^2$  - интенсивности когерентного зеркально-отраженного и проходящего пучков волн в плоскости рассеяния  $\varphi = 0$  в зависимости от угла скользящего падения  $\theta_0$ ;  $R_{dif}(\theta, \varphi)$  и  $T_{dif}(\theta, \varphi)$  - распределения интенсивностей диффузного рассеяния в 2D-области углов рассеяния  $(\theta, \varphi)$ .

Как известно [2, 5] (см. также [8, 9]), изотропная шероховатая граница поверхности раздела описывается в терминах безразмерных величин  $k\sigma$  и двухточечной латеральной корреляционной функции  $g_2(|\mathbf{x}_1 - \mathbf{x}_2|/\ell)$ , где  $\sigma$  и  $\ell$  есть среднеквадратичная высота и радиус

корреляции шероховатостей ( $k$  – волновое число рентгеновского излучения).

В общем случае фрактальной границы поверхности раздела корреляционная функция

$$g_2(|\mathbf{x}|/\ell) = \text{Exp}[-(|\mathbf{x}|/\ell)^{2h}], \quad (1)$$

где фрактальная размерность шероховатой поверхности  $D_s$  связана с параметром  $h$  соотношением  $D_s = 3 - h$ ,  $0 < h < 1$ .

На рис. 2 приведены примеры расчетных фрактальных поверхностей для различных индексов  $h = 0.1, 0.5$  и  $0.9$ .

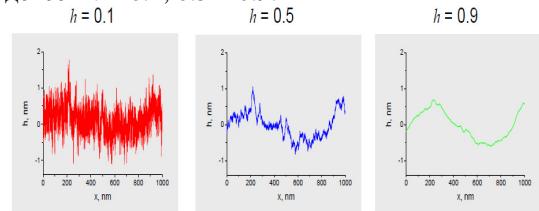


Рис. 2. При расчете было принято, что высоты статистически распределенных шероховатостей распределены по нормальному закону (Гауссова функция распределения):  $\sigma = 0.5$  nm,  $\ell = 200$  nm.

Следует также отметить, что на практике образование статистически шероховатых границ раздела обусловлено элементарными механизмами роста пленок, три из которых приведены на Рис. 3 в качестве примера.

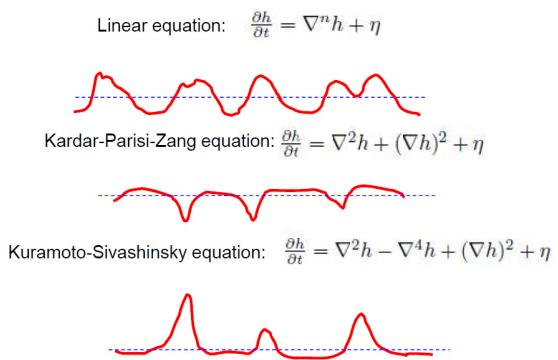


Рис. 3. Профили поверхностей пленок и отвечающие им нестационарные уравнения, описывающие их рост.

Современные теоретические подходы для решения задачи рассеяния рентгеновских лучей на шероховатых поверхностях или границах раздела многослойных структур базируются на

формализме функций Грина для решения стационарного скалярного волнового уравнения, описывающего прохождение и отражение рентгеновского излучения в статистически неоднородных средах.

Соответственно, это уравнение в интегральной форме имеет следующий вид [8, 9]

$$E(\mathbf{r}) = E_{id}(\mathbf{r}) - k^2 \int d^3 \mathbf{r}_1 \mathbf{G}(\mathbf{r}, \mathbf{r}_1) \Delta \chi(\mathbf{r}_1) E(\mathbf{r}_1). \quad (2)$$

Здесь  $E(\mathbf{r})$  – скалярная волновая функция электрического поля;  $\mathbf{G}(\mathbf{r}, \mathbf{r}_1)$  – функция Грина, функция точечного источника, помещенного в точке  $\mathbf{r} = \mathbf{r}_1$ ;  $E_{id}(\mathbf{r})$  – решение задачи отражения и прохождения рентгеновских лучей в случае идеально плоской границы раздела вакуум ( $z < 0$ ) – вещества ( $z \geq 0$ ) с постоянной электрической восприимчивостью  $\chi$ ,  $|\chi| \ll 1$ ,  $\text{Re } \chi < 0$ . Соответственно, отклонение функции восприимчивости от скачкообразного поведения вдоль координаты  $z$  равно

$$\Delta \chi(\mathbf{r}) = \chi[\Theta(z - h(\mathbf{x})) - \Theta(z)], \quad (3)$$

где  $h(\mathbf{x})$  – высота шероховатости поверхности раздела двух сред в латеральной точке  $\mathbf{x} = (x, y)$ ;  $\Theta(z)$  – функция Хэвисайда (ступеньки):

$$\Theta(z) = 0, z < 0 \text{ и } \Theta(z) = 1, z \geq 0.$$

Дальнейшее построение теории рассеяния рентгеновских лучей на шероховатой поверхности раздела двух сред связано с использованием теории возмущений для решения интегрального уравнения (2), используя в качестве малого параметра величину шероховатости  $h(\mathbf{x})$  и разлагая в ряд Тейлора по степеням  $h(\mathbf{x})$  отклонение диэлектрической проницаемости от скачкообразного закона ее изменения (3). Подробный анализ полученных на этом пути результатов для любой функции распределения высот шероховатостей и радиусов корреляции  $\ell$  приведен одним из авторов в [8].

Интересно отметить, что конформные шероховатости с большими радиусами корреляции  $\ell$  не приводят к увеличению потока излучения, направленного вглубь вещества. При этом происходит только его перераспределение между зеркально отраженной и диффузно рассеянной компонентами рентгеновского излучения в вакуум [8].

В качестве примера рассмотрим расчет отражения и рассеяния рентгеновских лучей для пленки постоянной плотности на однородной подложке и используется *ABC*-модель  $PSD$ -функции изотропных шероховатостей

$$PSD_{2D}(v) = \frac{\sigma^2 \ell^2 h}{\pi (1 + v^2 \ell^2)^{1+h}}, \quad (4)$$

где  $v$  – пространственная частота. Фрактальный параметр  $h$  лежит в диапазоне от 0.1 до 0.5 и определяется как материалом подложки, так и технологией ее полировки.

Результаты расчета показаны на Рис. 4.

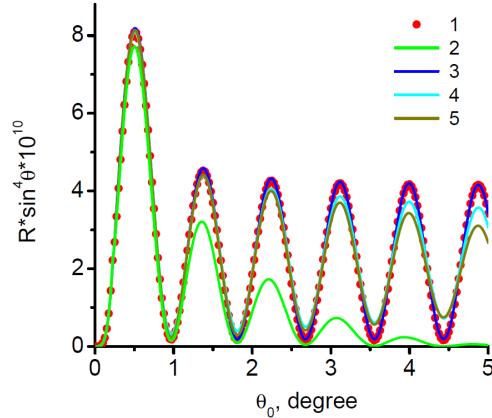


Рис. 4. Длина волны  $\lambda = 0.154$  нм. Пленка Ni на кремниевой подложке, толщина пленки 5 нм. Коэффициент зеркального отражения  $R_0$ . Кривые: (1) идеально гладкая пленка, (2) среднеквадратичная шероховатость границы раздела  $\sigma = 0.3$  нм. Интегральный коэффициент отражения  $R_\Sigma = R_0 + TIS$  в предположении, что конформные шероховатости пленки и подложки описываются *ABC*-моделью,  $\sigma = 0.3$  нм. Кривые: (3)  $\ell = 100$  мкм,  $h = 0.5$ , (4)  $\ell = 5$  мкм,  $h = 0.5$ , (5)  $\ell = 100$  мкм,  $h = 0.2$ .

Отметим, что в рассматриваемом интервале углов скольжения кривая (3) практически совпадает с кривой отражения от идеально гладкой пленки.

В случае, когда величина латеральной шероховатости  $h(\mathbf{x})$  не может рассматриваться в качестве малого параметра, в работе [9] для решения интегрального уравнения (2) было предложено и используется называемое самосогласованное со случайнym полем латеральных шероховатостей  $h(\mathbf{x})$  приближение для волновой функции  $E_{sc}(\mathbf{r})$ , а именно:

$$\begin{aligned} E_{sc}(\mathbf{r}) &= e^{i \mathbf{q}_0 \mathbf{x}} \left( e^{ik_{0z} z} + R_1(q_0) e^{2ik_{0z} h(\mathbf{x}) - ik_{0z} z} \right), z < h(\mathbf{x}), \\ &= T_1(q_0) e^{i \mathbf{q}_0 \mathbf{x}} e^{i \begin{pmatrix} k & -\kappa \\ 0_z & 0_z \end{pmatrix} h(\mathbf{x}) + i \kappa_{0z} z}, z \geq h(\mathbf{x}), \end{aligned} \quad (5)$$

где  $z$ -компоненты волновых векторов в вакууме и веществе,  $\kappa^2 = k^2(1 + \chi)$  равны

$$k_{0z} = \sqrt{k^2 - q_0^2}, \quad \kappa_{0z} = \sqrt{\kappa^2 - q_0^2},$$

соответственно,  $R_1(q_0)$  и  $T_1(q_0)$  – амплитуды коэффициентов отражения и прохождения рентгеновской плоской волны в случае идеально плоской границы раздела вакуум – вещество.

На рис. 5 показаны рассчитанные распределения интенсивностей волнового поля в вакууме, самосогласованного с профилями полей шероховатостей, представленными на рис. 2.

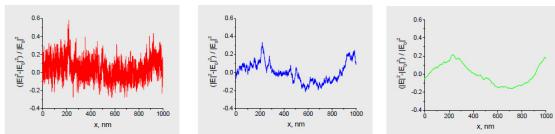


Рис. 5. Рассчитанные с использованием первого из соотношений (5) профили интенсивности на “усредненной” поверхности  $z = 0$ . C/Si зеркало,  $E_{\text{X-ray}} = 0.5 \text{ keV}$ ,  $\theta_0 = 20 \text{ mrad}$ .

Самосогласованное приближение (5) может быть использовано в качестве начального выражения для волновой функции в правой части интегрального уравнения (2).

Непосредственные вычисления позволяют рассчитать статистически усредненные (по шероховатостям поверхности раздела вакуум – вещество) интенсивности когерентно и диффузно рассеянной волн в случае, когда величина шероховатостей  $k\sigma$  не является малым параметром теории и относительно больших радиусов их корреляции  $k\ell$ .

В результате, интенсивности когерентно зеркально отраженного  $|R_{\text{coh}}(\theta_0)|^2$  и проходящего излучения  $|T_{\text{coh}}(\theta_0)|^2$  представляют собой произведение интенсивностей для случая идеально плоской границы раздела  $|R_0(\theta_0)|^2$  и  $|T_0(\theta_0)|^2$ , умноженные соответственно на известные факторы Дебая – Валлера  $f_R$  и  $f_T$ . В свою очередь, распределения диффузно рассеянных волн  $R_{\text{dif}}(\theta, \varphi)$  и  $T_{\text{dif}}(\theta, \varphi)$  представляют собой произведение PSD-функции и так называемых обобщенных статистических факторов рассеяния  $\eta_R(\theta, \theta_0)$  и  $\eta_T(\theta, \theta_0)$  [9].

На рис. 6а и 6б приведены примеры фактора  $\eta_R(\theta, \theta_0)$  и распределения  $R_{\text{dif}}(\theta, \varphi)$ , рассчитанных с использованием приближения (5) и Гауссовой функции распределения шероховатостей границы раздела вакуум – вещество для фрактального параметра  $h = 0.5$ .

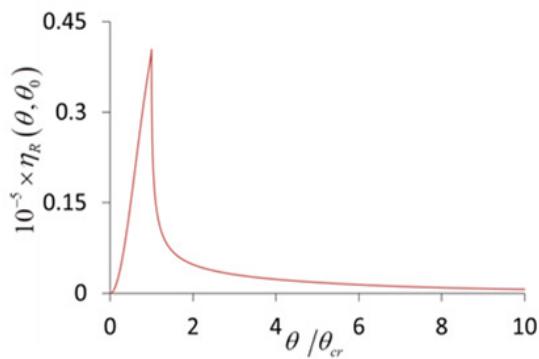


Рис. 6а. Фактор  $\eta_R(\theta, \theta_0)$  в зависимости от скользящего угла рассеяния  $\theta/\theta_{\text{cr}}$ .  $\theta_{\text{cr}} = |\text{Re}\chi|^{1/2}$  – критический угол.  $\theta_0/\theta_{\text{cr}}=3$ ,  $k\sigma = 200$ .

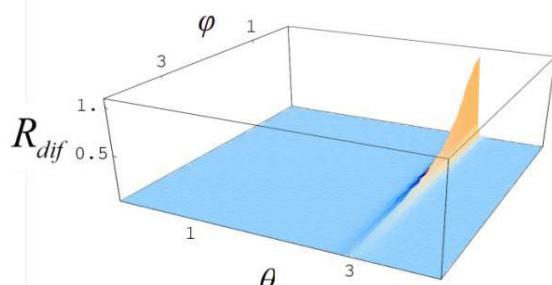


Рис. 6б. 2D-скан  $R_{\text{dif}}(\theta, \varphi)$ , нормированный на величину  $R_{\text{dif}}(\theta_{\text{cr}}, 0)$ , в зависимости от угла рассеяния  $\theta/\theta_{\text{cr}}$  и азимутального угла  $\varphi$  в единицах  $\varphi_0 = (k\ell)^{-1}$ .  $\theta_0/\theta_{\text{cr}}=3$ ,  $k\sigma = 200$ ,  $k\ell = 10^6$ .

- [1]. Андреев, А.В., УФН, **145**, 113 (1985).
- [2]. Sinha, S.K., Sirota, E.B., Garoff, S. & Stanley, H.B., Phys. Rev. B, **38**, 2297 (1988).
- [3]. Зеркальная рентгеновская оптика / Под ред. Виноградова А.В., Л.: Машиностроение, 1989. 463 с.
- [4]. Renaud, G., Lazzari, R. & Leroy, F., Surf. Sci.. Rep. **64**, 255 (2009).
- [5]. Tolan, M., X-ray Scattering from Soft-Matter Thin Films. Springer Tracks in Modern Physics. V. 148. Berlin: Springer, 1999. 197 p.
- [6]. Kozhevnikov, I.V., Nucl. Instrum. Methods A, **508**, 519 (2003).
- [7]. Filatova, E.O., Sokolov, A.A., Kozhevnikov, I.V. et al., J. Phys.: Condens. Matter, **21**, 185012, (2009).
- [8]. Кожевников, И.В., Кристаллография, **57**, 558 (2012).
- [9]. Chukhovskii, F.N., Acta Cryst. A**67**, 640, (2011).

# ЧИСЛЕННОЕ РЕШЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ<sup>183</sup> НА КРИСТАЛЛЕ С МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФАЗОСДВИГАЮЩЕЙ РЕШЕТКОЙ

С.И. Колосов, В.И. Пунегов  
Коми научный центр УрО РАН, Россия  
e-mail: [kolos@dm.komisc.ru](mailto:kolos@dm.komisc.ru)

## Введение

Исследуя методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии кристалл Si(111), на поверхности которого была сформирована фазосдвигающая решетка из вольфрама с периодом  $l$  мкм, получены карты нетривиального углового распределения интенсивности рассеяния [1]. Необычность дифракционной картины заключалась в том, что помимо ожидаемых латеральных сателлитов на картах присутствовали дополнительные вертикальные и диагональные дифракционные порядки. Следует отметить, что ранее подобное, но менее отчетливое распределение дифракционной интенсивности регистрировалось на решетке с периодом 2 мкм [2].

В данной работе разработан метод расчета динамической дифракции рентгеновских лучей на кристалле Si(111) с вольфрамовыми штрихами на его поверхности. Результаты расчетов сравниваются с экспериментальными данными.

## Формулировка задачи

Рассматривая динамическую дифракцию рентгеновских лучей на кристаллической системе с фазосдвигающей решеткой, следует исходить из уравнений Такаги-Топена. Пусть поглотители рентгеновского излучения представляют собой полосы шириной в полпериода поверхности решетки и направлены вдоль оси  $y$ , то есть перпендикулярно плоскости дифракции (рис. 1). Наличие металлических полос уменьшает рентгеновское поле в направлении прохождения и дифракции.

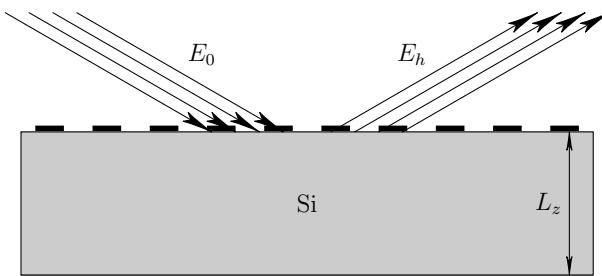


Рис. 1. Геометрия системы.

Уравнения Такаги-Топена запишем в виде

$$\begin{aligned} \operatorname{ctg} \theta_B \frac{\partial E_0}{\partial x} + \frac{\partial E_0}{\partial z} &= a_1 E_0(x, z) + b_1 E_h(x, z), \\ \operatorname{ctg} \theta_B \frac{\partial E_h}{\partial x} - \frac{\partial E_h}{\partial z} &= b_2 E_0(x, z) + a_2 E_h(x, z). \end{aligned} \quad (1)$$

Здесь параметры  $a_1, a_2, b_1, b_2$  определены следующим образом:

$$\begin{aligned} a_1 &= \frac{i\pi}{\lambda \sin \theta_B} \chi_0, \quad a_2 = \frac{i\pi}{\lambda \sin \theta_B} (\chi_0 - \alpha), \\ b_1 &= \frac{i\pi}{\lambda \sin \theta_B} \chi_{-g}, \quad b_2 = \frac{i\pi}{\lambda \sin \theta_B} \chi_g, \end{aligned}$$

где  $\alpha = -2 \sin 2\theta_B \Delta\theta$ ,  $\chi_{0,\pm g}$  – фурье-компоненты поляризуемости кристалла.

Границные условия для нашей задачи:  $E_0(x, 0) = f(x)$ ,  $E_h(x, Lz) = 0$ . Функция  $f(x)$  модулирует плоскую падающую волну единичной амплитуды. Эта функция определяется пропускающей способностью решетки из металлических полос на поверхности кристаллической пластины. Модельный вид этой функции показан на рис. 2.

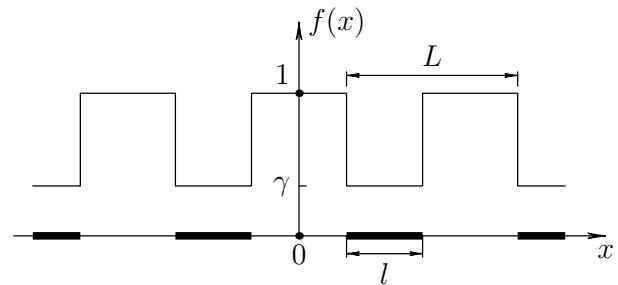


Рис. 2. Функция пропускания излучения решеткой.  $\gamma$  – доля излучения, пропущенного металлической полосой,  $l$  – ширина полосы,  $L$  – период решетки.

Если ширина засветки поверхности фазовой решетки составляет  $N L$ , где  $N$  – число полос решетки, засвеченных падающей волной, то мож-

$$\begin{aligned} f(\omega) &= \int_{-\infty}^{\infty} f(x) e^{-i\omega x} dx = \int_{-NL/2}^{NL/2} f(x) e^{-i\omega x} dx = \\ &= \frac{\sin(N\omega L/2)}{\sin(\omega L/2)} \left[ (1 - \gamma) \frac{\sin(\omega(L-l)/2)}{\omega/2} + \right. \\ &\quad \left. + \gamma \frac{\sin(\omega L/2)}{\omega/2} \right]. \quad (2) \end{aligned}$$

Тогда решение системы уравнений (1) удобно искать в виде

$$\begin{aligned} E_0(x, z) &= \int_{-\infty}^{\infty} t(\omega, z) e^{i\omega x} \frac{d\omega}{2\pi}, \\ E_h(x, z) &= \int_{-\infty}^{\infty} r(\omega, z) e^{i\omega x} \frac{d\omega}{2\pi} \end{aligned}$$

с граничными условиями  $t(\omega, 0) = f(\omega)$  и  $r(\omega, L_z) = 0$ .

Решение для величин  $t(\omega, z)$  и  $r(\omega, z)$  есть

$$\begin{aligned} t(\omega, z) &= \frac{1}{Q} e^{(a_1-a_2)z/2} [(s+p)e^{p(L_z-z)} - \\ &\quad - (s-p)e^{-p(L_z-z)}] f(\omega), \\ r(\omega, z) &= \frac{b_2}{Q} e^{(a_1-a_2)z/2} [e^{p(L_z-z)} - e^{-p(L_z-z)}] f(\omega), \end{aligned}$$

где  $Q = (s+p)e^p - (s-p)e^{-p}$ ,  $p = \sqrt{s^2 - b_1 b_2}$ ,  $s = i\omega - (a_1 + a_2)/2$ .

Если число полос  $N$  велико, то весьма хорошим приближением становится представление о бесконечно широкой решетке с  $N \rightarrow \infty$ . В этом случае от интегралов по быстро осциллирующим функциям можно перейти к рядам, что сильно упрощает компьютерные расчеты.

Вместо фурье-преобразования  $f(\omega)$  возникнут фурье-коэффициенты

$$\begin{aligned} f_n &= \int_{-L/2}^{L/2} f(x) e^{-in\omega x} dx = (1 - \gamma) \frac{\sin(\pi n(L-l)/L)}{\pi n}, \\ f_0 &= (1 - \gamma)(L - l)/L + \gamma \quad \text{при } n = 0. \end{aligned}$$

Амплитуды  $E_0(x, z)$  и  $E_h(x, z)$  теперь ищем в виде рядов

$$\begin{aligned} E_0(x, z) &= \sum_{n=-\infty}^{\infty} t_n(z) e^{in\omega x}, \\ E_h(x, z) &= \sum_{n=-\infty}^{\infty} r_n(z) e^{in\omega x}, \quad (\omega = 2\pi/L) \end{aligned}$$

с граничными условиями  $t_n(0) = f_n$  и  $r_n(L_z) = 0$ .

где  $Q = (s+p)e^p - (s-p)e^{-p}$ ,  $p = \sqrt{s^2 - b_1 b_2}$ ,  $s = in\omega - (a_1 + a_2)/2$ ,  $\omega = 2\pi/L$ .

## Результаты расчетов

Данный метод использовался для расчета поля дифрагированной волны внутри плоскопараллельной кристаллической пластины из кремния, на поверхности которой были нанесены фольфрамовые полосы. Ширина полос  $l$  была равна 500 нм и расстояние между полосами тоже 500 нм, так что  $L = 1$  мкм. Пропускание фольфрамовых полос было выбрано равным нулю, т.е. в формуле (2) для  $f(\omega)$  и на рис. 2  $\gamma = 0$ . Ширина засветки решетки – 300 мкм. Для расчета полей в кремнии использовались табличные данные для симметричного (111) отражения  $\sigma$ -поляризованного рентгеновского  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения с длиной волны  $\lambda = 1,54$  Å. Угол Брегга для выбранного отражения составлял 14,221 угл. град., межплоскостное расстояние  $d_{111} = 3,1355$  Å.

На рис. 3 приведены картины распределения интенсивности дифрагированной волны в кристаллической пластине толщиной 1 мкм и 2 мкм, рассчитанные в кинематическом и динамическом приближениях. На этих рисунках явно проявляется ячеистая структура распределения интенсивности дифрагированного поля, обусловленная наличием металлической решетки. Эта ячеистая структура хорошо согласуется со схематическим описанием подобного распределения, данным в работе [3].

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №10-02-00445-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014, программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010 и Программы развития вычислительных, телекоммуникационных и информационных ресурсов УрО РАН (проект РЦП-2012-П2).

[1] Иржак Д.В., Князев М.В., Роцупкин Д.В., Фахртдинов Р.Р., Щелоков И.А. Нанофизика и наноэлектроника, Н. Новгород, ИФМ РАН, Т.2, 602 (2011)

[2] Erko A., Firsov A., Proc. SPIE. 5539, 148 (2004)

[3] Пунегов В.И., Иржак Д.В., Роцупкин Д.В., Материалы конференции “Рентгеновская оптика – 2012”, с. 96-98.

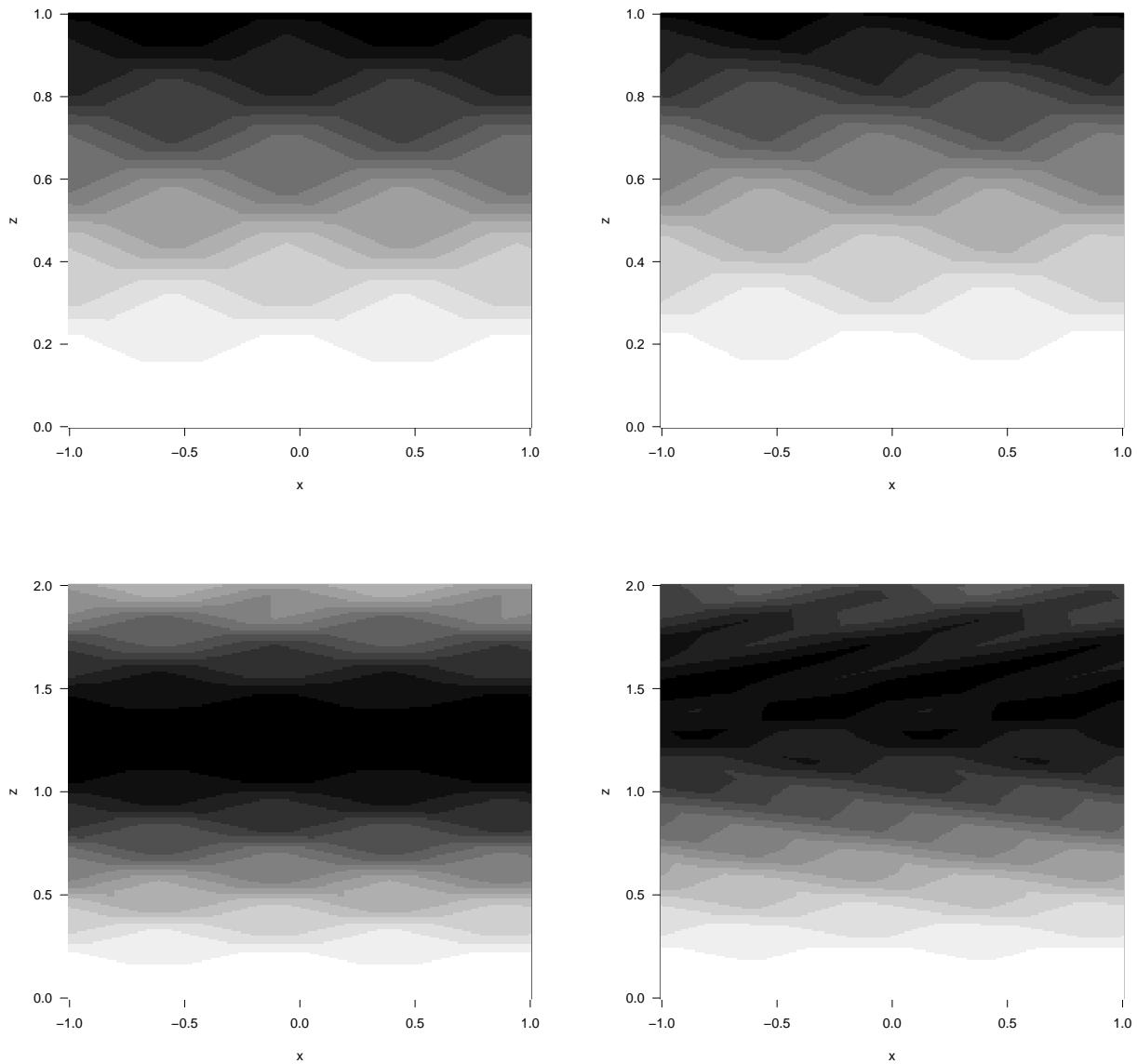


Рис. 3. Распределения интенсивности дифрагированной волны внутри кристаллической пластины, на верхнюю поверхность которой напылены металлические полоски. В левом столбце изображены поля, рассчитанные в кинематическом приближении, в правом столбце соответствующие поля, рассчитанные динамически. Верхние рисунки соответствуют пластинке толщиной 1 мкм, нижние – толщиной 2 мкм. На всех рисунках выделена горизонтальная область пластины шириной  $2L = 2 \text{ мкм}$ .

# ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В УГЛЕСИТАЛЛЕ

В.Н. Кукин

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,  
проезд 4806, д. 5, Москва, Зеленоград, 124498  
kukin@miee.ru

Углеситалл представляет собой продукт пиролиза углеродосодержащих газов в смеси с хлоридом бора. Разработанный в середине прошлого столетия, он нашел широкое применение в качестве материала для изготовления искусственных клапанов сердца [1-2]. Несмотря на ряд публикаций, посвященных изучению пироуглеродных материалов [3-5], работы по исследованию и совершенствованию технологии производства углеситалла продолжаются до настоящего времени. Во многом это связано со сложностью и многообразием процессов, происходящих при его формировании. Основные закономерности формирования углеситалла представлены в работах [6-8]. Установлено, что углеситалл состоит из фазы пироуглерода с включениями крупных (0,15 – 0,4 мкм) и мелких (около 20 нм) монокристаллитов. Для фазы пироуглерода с ее турбостратной структурой было характерно наличие областей с преимущественной ориентацией базисных плоскостей, состоящих из гексагональных углеродных сеток. Размеры таких областей составляли величину около одного микрона. Методами локальной микродифракции, рентгеновского микроанализа, анализа высокоразрешающих электронно-микроскопических изображений было определено, что выявленные монокристаллические включения имеют структуру ромбоэдрического карбида бора. Также установлено, что формирование углеситалла сопровождается образованием полостей двух видов. Природа одних с размерами около 0,3-0,6 мкм, по-видимому, связана с кинетикой образования пироуглеродной фазы углеситалла, когда в процессе ее роста на границах соседних областей образуются пустоты. Полости второго вида, имеющие нанометровые размеры, возможно, образуются вследствие растрескивания материала при его формировании. Обнаружено, что образование крупных включений происходит исключительно на внутренней поверхности крупных полостей, при этом монокристаллические включения карбида бора имеют правильную огранку (габитус) в виде икосаэдра. Детальные электронно-микроскопические исследования мелких монокристаллических включений в углеситалле не проводились, поэтому целью настоящей работы являлось изучение процессов формирования монокристаллитов карбида бора и их влияние на процессы формирования углеситалла.

Образцы углеситалла для исследований на просвечивающем электронном микроскопе

Philips CM 30 при ускоряющем напряжении 200 кВ приготавливались из монолитных заготовок толщиной 4-5 мм, выращиваемых на графитовой подложке в вертикальном реакторе при давлении 800 - 1300 Па и температуре процесса 1450 - 1500 °C. Поверхность, на которую осаждался пироуглеродный материал, находилась в потоке газовой смеси, состоящей из метана, пропана, хлорида бора и азота. Суммарный расход газов составлял два литра в минуту. Образцы приготавливались как с применением установки ионного утонения Gatan PIPS Model 691, так и системы с фокусированным ионным пучком Helios NanoLab 650. В первом случае образцы предварительно утонялись с применением механической шлифовки и полировки до толщины 20-30 мкм с последующим утонением ионами аргона с энергией от 5 до 0,5 кэВ и скорости вращения образца 3 об/мин. Приготовление образцов в системе с фокусированным ионным пучком проводилось при ускоряющем напряжении 30 кВ. На финишном этапе для улучшения качества травления образца и уменьшения толщины аморфизованного слоя ускоряющее напряжение ионного пучка понижалось до 5 кВ.

Анализ нанокристаллических включений карбида бора в углеситалле проводился с использованием высокоразрешающих изображений. При таком анализе из-за сложного характера контраста вследствие наложения изображений разных фаз и/или высокого уровня шумов применялись методы цифровой обработки изображений с использованием алгоритма быстрого преобразования Фурье. К достоинствам цифровой обработки можно отнести возможность анализа большого числа изображений без использования дорогостоящего микроскопического оборудования. Цифровая обработка осуществлялась с помощью общедоступного программного обеспечения ImageJ, разработка которого осуществляется по инициативе учреждения Департамента здравоохранения США - Национальные институты здоровья (NIH).

В результате анализа высокоразрешающих изображений выявлены закономерности в расположении плоскостей кристаллических решеток нанокристаллических включений и базисных плоскостей пироуглеродной фазы в областях с их преимущественной ориентацией. Т.е. кристаллические плоскости обоих фаз связаны определенным ориентационным соотношением. Иллюстрацией выявленных закономерностей служит

рис. 1. Контраст изображения в нижней части рис.1 соответствует изображению базисных плоскостей матричной фазы углеситалла, расположенных вдоль направления падающего электронного пучка. Величина их межплоскостного расстояния - 0,343 нм. Контраст в виде муарового узора на участке микрофотографии с частицей карбида бора (верхняя часть рис. 1) обусловлен

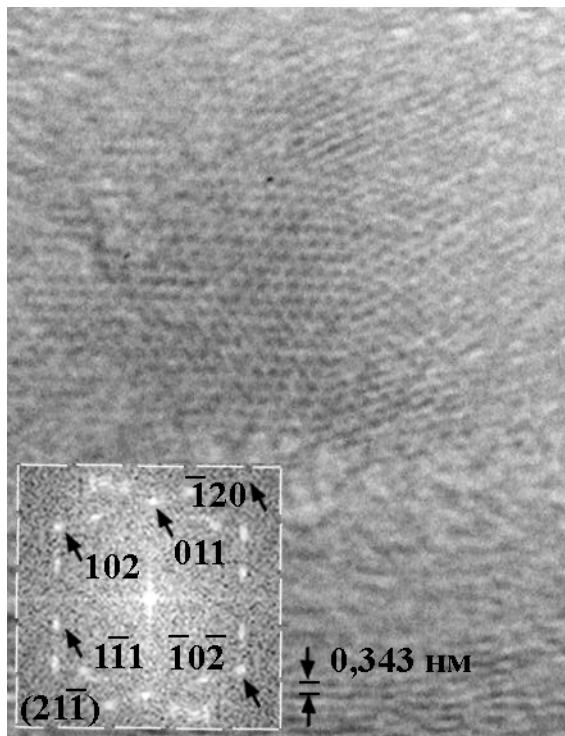


Рис.1. Высокоразрешающая микрофотография нанокристаллического включения карбида бора в матричной фазе углеситалла

наложением изображений от разных фаз, что затрудняло проведение анализа нанокристаллических включений. На врезке слева внизу представлено изображение Фурье-образа, полученное от участка микрофотографии с изображением частицы карбида бора. Индексирование проводилось в гексагональной системе координат.

Результаты анализа показали, что высокоразрешающие микрофотографии наночастиц карбида бора в проекции, соответствующей направлению базисных плоскостей параллельному падающему электронному пучку, представляют собой изображения кристаллитов с осью симметрии пятого порядка. Нанокристаллические частицы с пентагональной симметрией изучаются более пятидесяти лет и обнаружены в процессах кристаллизации золота, платины, палладия, серебра и других материалов, включая карбид бора [9]. Их образование связано с явлением множественного двойникования, проявление которого наглядно демонстрирует рис. 2, полученный в результате цифровой обработки высокоразрешающего изображения на рис. 1 с применением процедуры фильтрации и обратного преобразования Фурье. Метки в виде отрезков на

рис. 2 указывают на границы двойников. Величины межплоскостных расстояний и углов между плоскостями кристаллической решетки анализируемых частиц, определенные из анализа электронограмм и высокоразрешающих изображений, подтверждали их принадлежность к ромбоэдрической структуре карбида бора.

Анализ высокоразрешающих изображений, полученных от крупных частиц, показал, что для

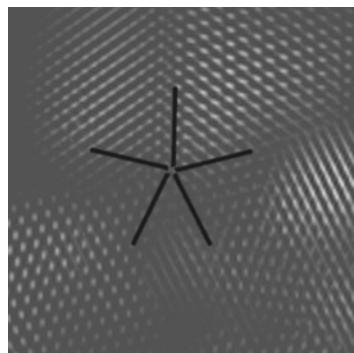


Рис. 2. Фрагмент высокоразрешающего изображения нанокристаллита карбида бора с осью симметрии пятого порядка после цифровой обработки микрофотографии на рис. 1

них выполняются те же закономерности во взаимном расположении решеток карбида бора и матрицы, что и для нанокристаллитов. Для крупных частиц, точно также как и для мелких, была характерна пентагональная симметрия, а процессы их формирования приводили к образованию кристаллитов в форме икосаэдра. Результаты проведенных исследований позволяют заключить, что образование мелких и крупных включений подчинено общим закономерностям их зарождения и роста, что важно для понимания механизмов формирования углеситалла.

- [1] Волков Г.М., Калугин В.И., Сысков К.И., Докл. АН СССР, **183**, №2, 396 (1968).
- [2] Татаринов В.Ф., Виргильев В.С., Евдокимов С.Е., Перспективные материалы, № 4, 41 (1999).
- [3] Bokross J.C., Chemistry and Physics of Carbon, V.5, ed. by PL. Walker, New York: Marcel Dekker, (1969).
- [4] Carbon materials for advanced technologies. Ed. by. Bursell T.D, Oxford, Pergamon, 540 (1999).
- [5] Oberlin A., Carbon, **40**, 7 (2002).
- [6] Кукин, В.Н., Боргардт, Н.И., Агафонов, А.В., Кузнецов, В.О. Письма в ЖТФ. **30**. Вып.17. 76 (2004).
- [7] Кукин В.Н., Известия РАН. Серия Физическая, **75**, № 9, 1315 (2011).
- [8] Волков Р. Л., Боргардт Н.И., Кукин В.Н., Известия РАН. Серия Физическая, **75**, № 9, 1297 (2011).
- [9] Xin Fu, Jun Jiang, Chao Liu and Jun Yuan, Nanotechnology, **20**, 365707 (2009).

## Многолинзовый рентгеновский интерферометр, основанный на планарной преломляющей оптике.

М. Любомирский<sup>1</sup>, В. Кон<sup>2</sup>, В. Юнкин<sup>3</sup>, С. Кузнецов<sup>3</sup>, И. Снигирёва<sup>1</sup>, А. Снигирёв<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>ESRF, 38043 Grenoble, France. <sup>2</sup>Курчатовский институт, 123182, Москва.

<sup>3</sup>ИМПТ РАН, 142432, Черноголовка.

Преломляющая рентгеновская оптика [1], наряду с ее очевидными свойствами фокусировки и коллимации пучка, позволяет реализовать новые схемы интерферометрии. Недавно был предложен двухлинзовый интерферометр, основанный на планарной преломляющей оптике [2]. Он содержит набор двух идентичных параллельных составных линз, расположенных друг от друга на дистанции меньшей, чем длина когерентности падающего рентгеновского пучка, см. рис. 1. При облучении когерентным излучением от источника, удаленного на расстояние  $Z_0$ , создается два вторичных когерентных источника, на расстоянии  $Z_f$ , которые, в свою очередь, генерируют периодическую интерферционную картину - стоячую волну. Период этой стоячей волны зависит от расстояния наблюдения и варьируется от десятков нанометров до десятков микрон.

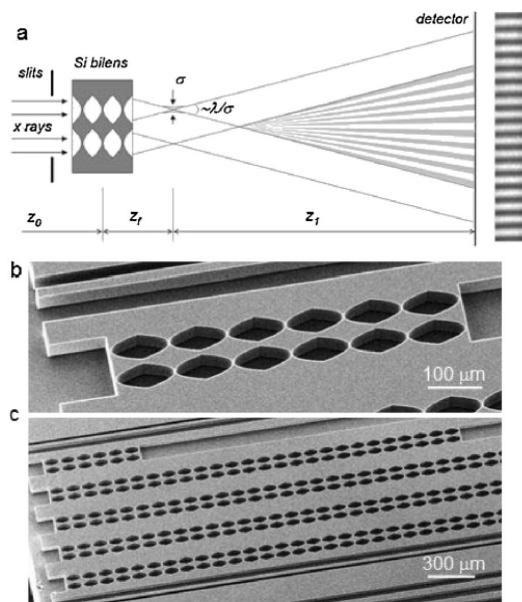


Рис.1. а) Экспериментальная схема формирования стоячей волны двухлинзовым интерферометром. б),с) РЭМ изображение двухлинзового интерферометра.

Для увеличения эффективной апертуры интерферометра, а также расширения функциональных возможностей была предложена многолинзовая система, в которой используется более двух планарных параллельных «массивов». В сравнении с билинзой, где механизм формирования волнового фронта довольно прост, многолинзовая система формирует более сложную интерферционную картину, которая может описываться в формализме Тальбот - или Фурье - изображений [2]. В настоящей работе были исследованы оптические свойства 30-ти линзового интерферометра, изготовленного на подложке кремния по «MEMS» технологии см. Рис 2. Физическая апертура данного интерферометра составляет порядка 1 мм, что является характерным вертикальным размером ондуляторного пучка на ESRF.

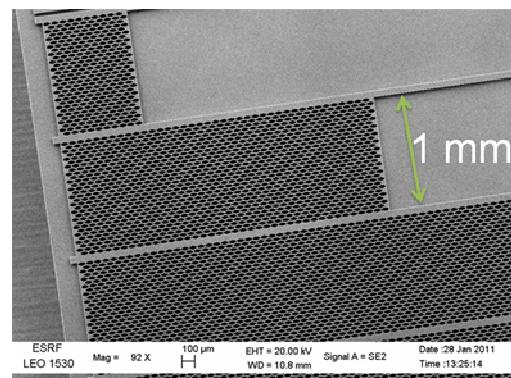


Рис.2. РЭМ изображение 30-ти линзового интерферометра.

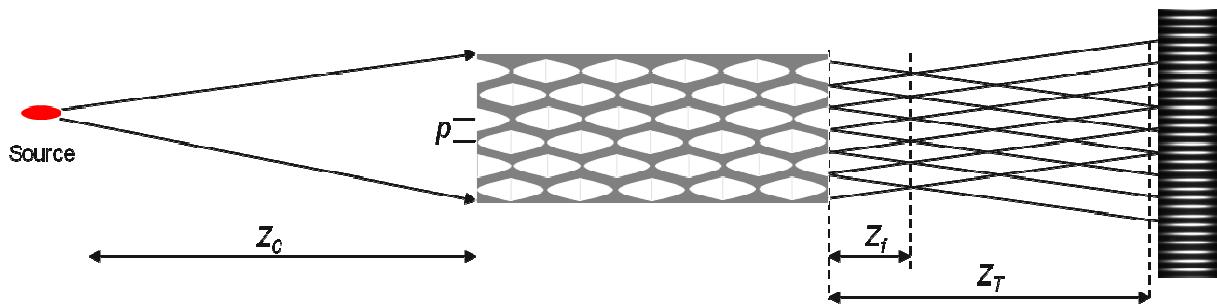


Рис.3. Экспериментальная схема формирования стоячей волны многолинзовым интерферометром.

Исследования оптических свойств интерферометра в ближнем волновом поле проводились на синхротронной станции ID6 на ESRF. Для записи дробных Тальбот изображений CCD камера располагалась на расстояниях  $Z_T$  порядка 3-4 метров от интерферометра (см. рис 3), который находился на дистанции  $Z_0=56$  м. от источника. Для сравнения контрастности, а также ширины максимумов был проведён эксперимент с двухлинзовым интерферометром, установленном в том же положении что и многолинзовый. Сравнение проводилось с дробным (1/6) Тальбот изображением (период 10 микрон), дистанция наблюдения составляла 3 метра. Относительное сжатие максимумов составило 1.7 раза, увеличение контраста почти в 2 раза, см. рис.4.

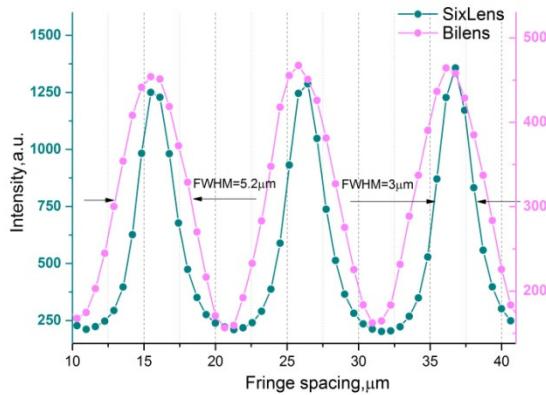


Рис.4. Интерференционные полосы от многолинзового интерферометра в сравнении с двухлинзовым.

Для изучения влияния «сферичности» волнового фронта был проведён эксперимент с вторичным источником, который был создан рефракционной оптикой на дистанции  $Z_0=55$  см. от интерферометра. Данный приём позволил зарегистрировать дробное Тальбот изображение (1/40) на дистанции 3.8 метра, с периодом интерференционной картины, совпадающим с дробным изображением 1/6.

Проверка свойств интерферометра в дальнем поле и при высоких энергиях излучения проводилась на «длинной» (~100 м) станции ID11 на ESRF. Измерения проводились в энергетическом диапазоне 32-64 keV. Регистрация интерференционной картины проводилась на дистанции  $Z_T=52$  метра от интерферометра, который располагался на дистанции  $Z_0=42.5$  метра от источника (см. рис. 3).

Полученные фундаментальные Тальбот изображения (см. рис.5) при высоких энергиях излучения (30-60 keV) позволяют говорить о возможности использования данного интерферометра при высоких энергиях, без каких либо конструктивных изменений.

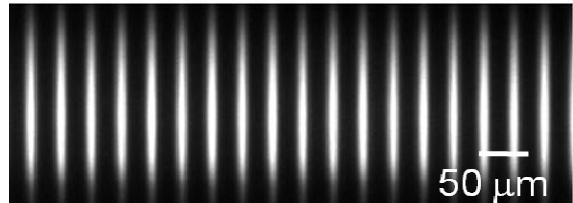


Рис.5. Интерференционные полосы от многолинзового интерферометра при энергии 64 keV.

Одним из приложений данного эксперимента является воспроизведение проекции источника на фундаментальном Тальбот изображении. Таким образом, возможно определить эффективный размер источника путём анализа этого изображения.

Для проверки корректности полученных результатов по определению размеров источника были привлечены две методики: прямая и косвенная. Прямая методика заключалась в измерении изображения источника, получаемого с помощью преломляющих линз [3]. Для этого использовался стандартный оптический элемент станции - трансфокатор [4]. Изображение источника представлено на рисунке 6.

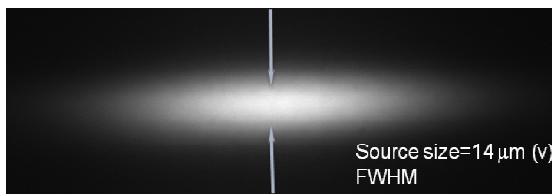


Рис.6. Изображение источника, полученное с помощью трансфокатором.

Косвенная методика заключалась в анализе интерференционной картины от борной фибры [5]. Эффективный размер источника рассчитывался путём решения обратной задачи (подгонки), где варьируемым параметром был эффективный размер источника. Результат «подгонки» приведён на рисунке 7.

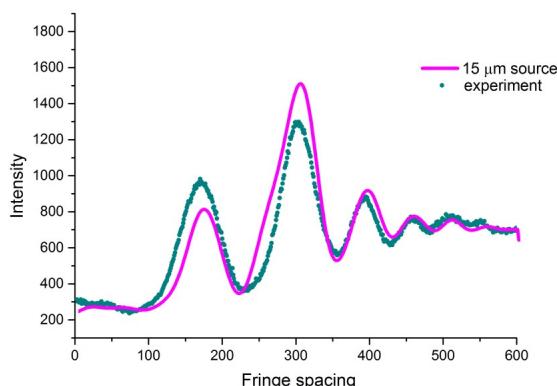


Рис.7. Экспериментальное и теоретическое сечения дифракционной картины от борной фибры.

Размеры источника, полученные всеми тремя методиками, находятся в интервале 14–16 микрон.

Таким образом, в данной работе показано, что переход на многолинзовую схему позволяет существенно увеличить апертуру интерферометра, и вместе с тем позволяет повысить интенсивность и контраст интерференционной картины за счет сжатия максимумов. Оптические свойства

многолинзового интерферометра изучены в широком энергетическом диапазоне (8–64 keV).

Показано, что ширина интерференционного максимума может меняться посредством вариации когерентной засветки интерферометра.

Полученные результаты создают основу для развития новых схем и методов рентгеновской интерферометрии:

- фазово - контрастная микроскопия и “moiré”-рентгенография слабо-поглощающих объектов

- метод стоячих рентгеновских волн, где явным преимуществом является отсутствие необходимости «подложки», которая создаёт стоячую волну

- диагностика когерентных источников и пучков новых синхротронов и лазеров на свободных электронах. Многолинзовый интерферометр может быть применен для диагностики волнового фронта в режиме фокусировки аналогично интерферометру Шак-Хартмана[6].

[1] Snigirev A, Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M., Roth T., Vaughan G., Detlefs C., Phys. Rev. Letters 103, 064801, (2009).

[2] Winthrop T. and Worthington R., J. Opt. Soc. Am. 55, 373 (1965).

[3] Weitkamp T., Chubar O., Drakopoulos M., Souvorov A., Snigireva I., Snigirev A., Gunzler F., Schroer C., Lengeler B., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 467–468 248–251 (2001).

[4] Snigirev, A., Snigireva, I., Vaughan, G., Wright, J., Rossat, M., Bytchkov, A. & Curfs, C. J. Phys. Conf. Ser. 186, 012073 (2009a).

[5] Kohn V., Snigireva I., Snigirev A., Phys. Rev. Lett. 85, 13, 2745 (2000).

[6] Shack R and Platt B, J.Opt. Soc. Am. Vol. 61, p. 656 (1971).

# РЕНТГЕНО-РЕФЛЕКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК, ЛЕГИРОВАННЫХ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧНЫМИ ИОНАМИ $\text{He}^+$

А.А. Ломов<sup>1</sup>, А.В. Мяконьких<sup>1</sup>, К.В. Руденко<sup>1</sup>, Н.А. Карягин<sup>1</sup>,  
Ю.М. Чесноков<sup>2</sup> А.Л. Васильев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технологический институт РАН, Нахимовский просп. д. 36/1, Москва, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, пл. Академика Курчатова, Россия  
e-mail [lomov@ftian.ru](mailto:lomov@ftian.ru)

## Введение

Ионное легирование полупроводниковых подложек примесными или собственными атомами, как способ модификации его зонной структуры вблизи поверхности, применяется давно [1]. При внедрении атомов в решетку кристалла возникает значительное количество радиационных нарушений - структурных дефектов: вакансий и межузельных атомов и т.п. Дальнейшая обработка (термическая и т.п.) подложек приводит не только к модификации структурных дефектов, но и увеличению ширины границ рабочих областей структур за счет диффузии атомов. При изучении имплантированных слоев особое внимание уделяют величине их разупорядочения - аморфизации. Так, например, одной из задач современной технологии является получение вблизи поверхности образца полностью аморфного слоя, препятствующему эффекту канализирования ионов малых размеров при последующей имплантации [2].

Среди неразрушающих методов контроля структурного совершенства имплантированных слоев широко применяется рентгеновская дифракция в геометрии Брэгга. Однако при высокодозовой имплантации высокая степень радиационных повреждений приводит к погашению интерференции и, как следствие, отсутствию дифракционного отражения. Проблема применения дифракционных методов усложняется при изучении наноразмерных слоев, которые создаются имплантацией ионами с энергией 0.5 - 5 кэВ.

Высокодозовое легирование кремния протонами и ионами гелия приводит не только к аморфизации, но и интенсивному порообразованию в имплантированном слое [3]. При этом помимо структурных искажений решетки происходит значительное изменение плотности материала. Прецизионный контроль за этими процессами может быть осуществлен на основе метода рентгеновской рефлектометрии (ПВО).

Настоящая работа посвящена исследованию методами высокоразрешающей рентгеновской рефлектометрии влияния дозы и энергии  $\text{He}^+$  на

толщину и плотность аморфизованных приповерхностных слоев при имплантации в стандартные подложки кремния. Контроль за толщиной и однородностью дефектностью слоев осуществлялся методом просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ).

## Эксперимент

Подложки кремния Si(100) (КДБ-12) непосредственно перед имплантацией подвергалась очистке от естественного окисла в 5% растворе плавиковой кислоты при комнатной температуре в течение 1 минуты. Имплантация проводилась в плазменно-иммерсионном ионном имплантаторе (разработка ФТИАН РАН), имеющим ICP-источник плотной плазмы. Давление гелия в рабочей камере поддерживалось равным 10 мТорр при мощности разряда 500 Вт. Имплантация происходила при подаче на образец прямоугольных импульсов отрицательного ускоряющего потенциала 2-5 кВ с длительностью 10 мкс и частотой 1 кГц. Доза имплантации (см. табл.) определялись по величине ионного тока через образец в течение следования импульсов.

**Табл.** Энергия Е, доза N ионов  $\text{He}^+$  имплантированных в Si(001) и толщины приповерхностных субслоев с различным типом нарушений:  $L_A$  –аморфизованный,  $L_p$  –пористый,  $L_D$  –дефектный, в порядке следования относительно поверхности образца

№ обр.	E, кэВ	N, см <sup>-2</sup>	ПЭМ		
			$L_A$ , нм	$L_p$ , нм	$L_D$ , нм
N1EI	2	$6.0 \times 10^{15}$	5.0(5)	-	-
N2EI	2	$1.2 \times 10^{16}$	7.5(5)	-	~8
N3EI	5	$5.0 \times 10^{17}$	≈10	≈17	90(5)

Рентгеновские исследования выполнялись на автоматизированном дифрактометре ТРС (СКБ ИКАН). Кривые ПВО записывались в схеме  $\omega/2\theta$ -сканирования. Рентгеновское излучение  $\text{CuK}\alpha_1$  формировалось с помощью щелевого с трехкратным отражением

монохроматора Ge (004). В экспериментах ПВО размер выходной щели монохроматора составлял 20 мкм в горизонтальной плоскости и 2 мм в вертикальной. Угловая ширина щели перед детектором была равна 140''.

Для получения ПЭМ изображений приповерхностных слоев образцов из них были приготовлены поперечные срезы. После резки пластины, склейки полосок Si «лицом к лицу» и механического утонения до толщины 30 мкм следовало утонение ионами  $\text{Ar}^+$  энергией 5кэВ в установке PIPS (Gatan, США) до образования отверстия. Окончательная полировка осуществлялась ионами с понижением энергии до 100 эВ. Исследование срезов проводилось при ускоряющем напряжении 300 кэВ в просвечивающем растровом электронном микроскопе TITAN 80– 300 (FEI, США) с корректором сферической aberrации зонда в режимах светлого и темного поля.

### Результаты и обсуждение

Кривые ПВО от исследуемых образцов представлены на рис. 1 и 2 в логарифмическом масштабе. На рис.1 также приведена кривая отражения (прерывистая линия) от образца N1EI, полученная между операциями очистки от окисного слоя и имплантации. Видно, что даже доза  $6.0 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$  приводит к заметному изменению форме кривой ПВО. Модельные расчеты [4] показывают, что «прогиб» кривой обусловлен появлению вблизи поверхности слоя с уменьшенной электронной плотностью. Вид кривой 2 от образца N2EI (срав. с кривой 1) имеет аналогичные особенности, но более выраженные. Следовательно увеличение дозы имплантации до  $1.2 \times 10^{16}$  принципиально не изменило модель слоя. Этого нельзя сказать при анализе формы кривой ПВО (рис.2) от образца N3EI. На кривой наблюдается два вида осцилляций: 1группа-ярко выраженные вблизи критического угла ПВО  $\vartheta_c$  и 2группа - апериодические при углах больших  $2\vartheta_c$ . Осцилляции 1 группы имеют резонансную природу и свидетельствуют о наличии внутри образца слоя с уменьшенной поляризуемостью. Подобный эффект проявляется в резонаторе Фабри-Перо.

Для восстановления профиля относительной электронной плотности приповерхностных слоев образцов была осуществлена подгонка теоретических кривых ПВО под экспериментальные по модели [5]. Учитывалась реальная геометрия эксперимента, ошибки измерений и вклад диффузного рассеяния от нерегулярностей плотности. Модель имплантированного слоя состояла из подслоев толщиной  $l_i$  с поляризуемостью  $\chi_{0i}$  и

переходных слоев толщиной  $\Delta l_i$  при линейном изменении поляризуемости между слоями. Качество подгонки контролировалось критерием  $\chi^2$  [6]. Для него были получены следующие значения: 1.6, 2.9 и 3.7 для образцов N1EI, N2EI и N3EI соответственно.

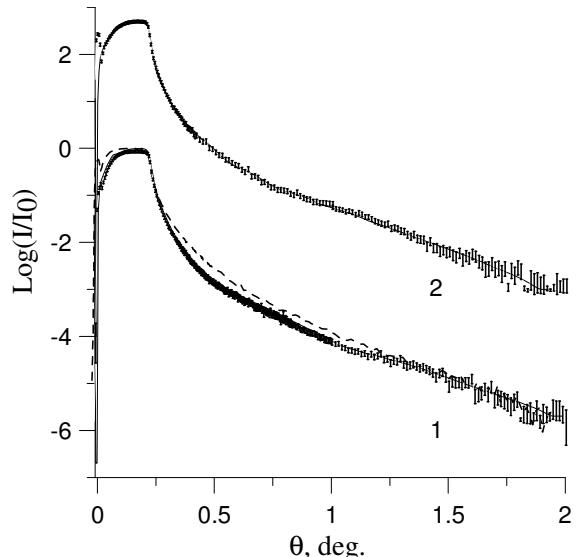


Рис. 1. Экспериментальные (вертикальные штрихи) и теоретические (сплошные линии) кривые ПВО от образцов N1EI (1) и N2EI (2). Прерывистая линия- кривая от исходной подложки (см. текст).

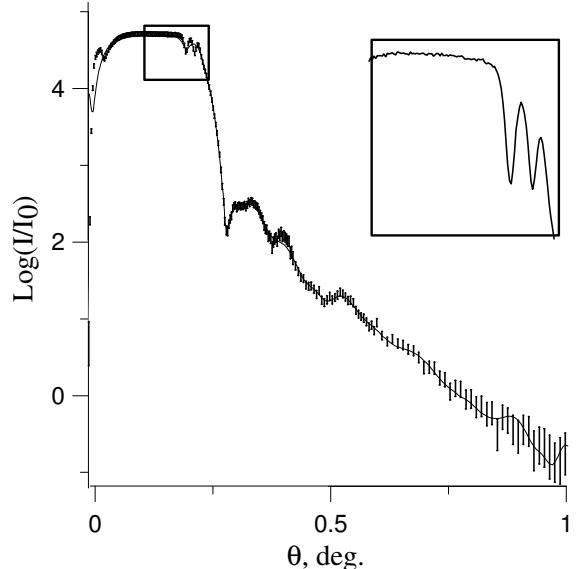


Рис. 2. Экспериментальные (вертикальные штрихи) и теоретические (сплошные линии) кривые ПВО от образцов N3EI. На вставке показана в линейном масштабе часть кривой.

На рис.3 представлены распределения плотности исследуемых образцов в рамках выбранной модели. Анализ их формы показывает, что на границе вакуум-подложка плотность вещества линейно меняется. Верхний субслой становится плотнее с увеличением как дозы, так и энергии ионов.

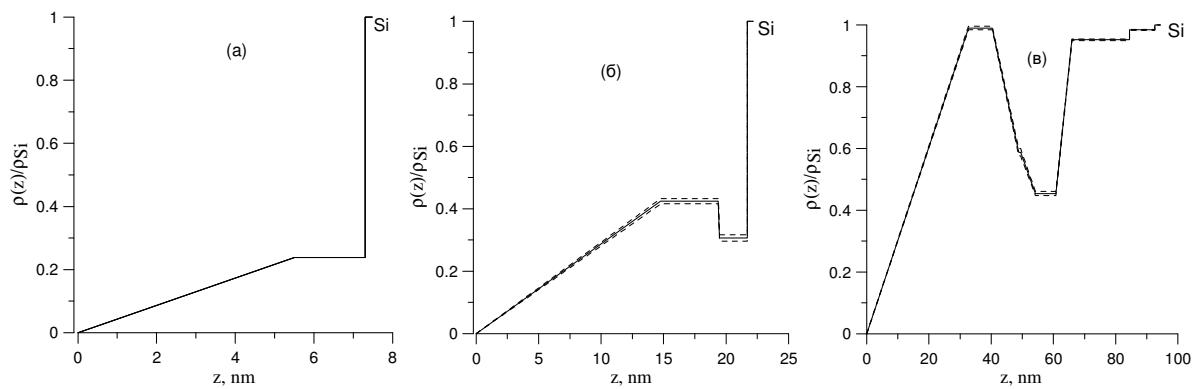


Рис. 3. Восстановленные профили электронной плотности приповерхностных слоев образцов N1EI(а), N2EI(б) N3EI(в); штриховые линии –коридор ошибок.

Характерной особенностью профилей является «появление» в глубине субслоя с уменьшенной плотностью даже для образца N2EI. При этом разница плотностей максимальна

для N3EI. Эти результаты свидетельствуют об образовании в глубине образца инкапсулированного пористого слоя, что подтверждается данными ПЭМ (рис.4).

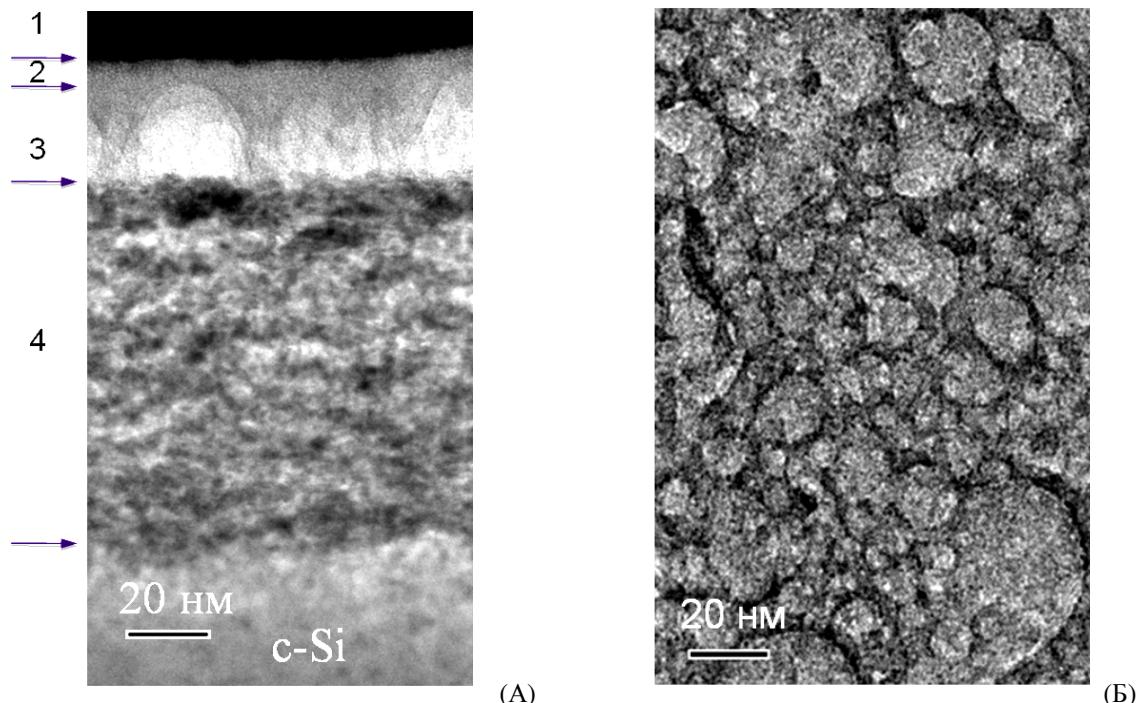


Рис. 4. ПЭМ изображения образца N3EI: среза (А) и поверхности (Б).

Видно, что ПЭМ изображения неоднородные по контрасту. На срезе (А) наблюдается многослойная структура вблизи поверхности: аморфный слой  $L_A$  (естественный окисел и аморфизированный кремний), затем слой  $L_P$  пористого кремния (размеры пор 5-15 нм) и слой кристаллического кремния  $L_D$  с высоким содержанием структурных дефектов, плотность которых уменьшается вглубь образца.

Таким образом, полученные результаты показывают, что метод ПВО может быть успешно применен для диагностики инкапсулированных пористых слоев. Установлено, что плотность слоя с аморфизованным кремнием возрастает с увеличением дозы при имплантации гелия.

Работа выполнена при частичной финан-

совой поддержке грантов Российского фонда фундаментальных исследований (№ 12-07-00745-а и № 13-02-12150 офи\_м).

- [1] Мейер Дж., Эриксон Л., Дэвис Дж., Ионное легирование полупроводников. И: «Мир», Москва, 1973. 296 с.
- [2] Felch S. B., Fang Z., Woo B. W. et al. 2002 Surf. Coat. Technol., **156**, 22 (2002).
- [3]. Мяконьких А.В., Рогожин А.Е., Руденко К.В., Лукичев В.Ф., Микроэлектроника, 2013, **42**, №4, с. 1-8 (2013).
- [4] <http://sergey.gmca.aps.anl.gov/>
- [5] Чуев М.А., Субботин И.А., Пашаев Э.М. и др., Письма в ЖЭТФ, **85**, вып. 1, 21 (2007).
- [6] Афанасьев А.М., Чуев М.А., Ломов А.А. и др. Кристаллография, **42**, №3, 514 (1997).

## Спектральные свойства пористых рентгеновских дифракционных фильтров

А.В.Митрофанов

Физический институт им. П.Н.Лебедева РАН, 119991, Москва, Россия  
e-mail:[mitrofa@sci.lebedev.ru](mailto:mitrofa@sci.lebedev.ru)

В данной работе рассказывается об одной реализованной на практике идее использовать так называемые трековые мембранны (Рис.1) [1] в качестве защитных фильтров и входных окон рентгеновских детекторов изображения солнечных телескопов, рассчитанных для работы в мягкой рентгеновской и вакуумной ультрафиолетовой (ВУФ) областях спектра, примерно от 10 до 200 нм. В указанном спектральном диапазоне находятся многие яркие линии солнечного спектра, пространственная и временная регистрация которых несет важную информацию о локальных характеристиках атмосферы Солнца на разных высотах [2]. Одна из трудностей работы в этой области состоит в том, что экспериментальные наблюдения требуется проводить на фоне интенсивной засветки аппаратуры в ближнем ультрафиолетовом и видимом диапазонах спектра, превышающей коротковолновый (рабочий) поток на 5 – 7 порядков. Источник этого фона – излучение с поверхности Солнца, близкий по характеристикам к чернотельному излучателю с температурой около 5800 К. Использование так называемых «солнечно-слепых» детекторов любого типа не решает полностью проблему блокировки фона. Особенно острая необходимость защиты детектора возникает в случае применения кремниевых координатных детекторов, имеющих максимум чувствительности в видимой области спектра и красную границу в ближней инфракрасной области. «Солнечно-слепые» детекторы эффективно регистрируют УФ излучение в полосе 200 – 300 нм. Похожие задачи фильтрации излучения и блокировки фона возникают при диагностике лабораторных плазменных источников.

Линейный коэффициент поглощения материалов в вакуумной ультрафиолетовой и мягкой рентгеновской областях спектра для однородной пленки равен  $4\pi\beta / \lambda$ , где  $\lambda$  - длина волны излучения,  $\beta$  - мнимая часть комплексного коэффициента преломления  $n$  материала пленки:  $n = \sqrt{\epsilon} = 1 - \delta + i\beta$ ,  $\epsilon$  - его диэлектрическая проницаемость. По сравнению с классической (жесткой) рентгеновской областью коэффициент поглощения для любых твердых однородных веществ велик и достигает максимальной величины  $\beta_{max} \approx 0.1 \div 1$  в указанном спектральном диапазоне [3]. Поэтому

традиционно для защиты чувствительной поверхности рентгеновского детектора солнечного телескопа применяют тонкие (с толщиной порядка одной – несколько десятых долей микрона) металлические пленки, например алюминия, или более прочные многослойные системы, которые могут быть нанесены на рабочую поверхность координатного фотоприемника. Выбор слоев защитного фильтра и их толщины согласуются с параметрами детектора и оптикой телескопа, чтобы иметь нужную спектральную полосу чувствительности прибора в рабочей области и заданный уровень режекции (rejection) фонового излучения. Тонкая пленка защитного фильтра должна быть без сквозных отверстий (pinholes), устойчивой к воздействию среды, в которой хранится или эксплуатируется фильтр и иметь высокие механические и тепловые эксплуатационные характеристики [4]. Полный перечень требований, предъявляемый к фильтру детектора позволяет отнести этот элемент к одному из наиболее тонких и менее защищенных узлов рентгеновского телескопа, выводимого на земную орбиту.

Как альтернатива тонкопленочному рентгеновскому фильтру детектора может рассматриваться во много раз более толстая (и, следовательно, более прочная) пленка, но не однородная по площади, а имеющая сквозную перфорацию (Рис.1) с диаметром отверстий на микронном или даже субмикронном уровне, то есть, это фильтр с отверстиями, обладающими дифракционным качеством для фоновых УФ, видимого и ИК излучений. Дифракционные фильтры на основе металлизированных полимерных трековых мембран, применяемые ранее в ближней ИК области [1], было предложено использовать в качестве фильтрующих элементов в ВУФ и ультрамягкой рентгеновской областях спектра [5,6]. В данном докладе представлены некоторые результаты спектральных исследований пористых защитных фильтров для изображающих и одноканальных детекторов приборов рентгеновской астрономии функционирующих в мягком рентгеновском и в ВУФ диапазонах в условиях сильной фоновой засветки.

Трековые мембранны представляют собой полимерные пленки со сквозными микро- или нано- отверстиями приблизительно одинакового диаметра, полученными в результате облучения пленок пучком тяжелых ионов и последующей

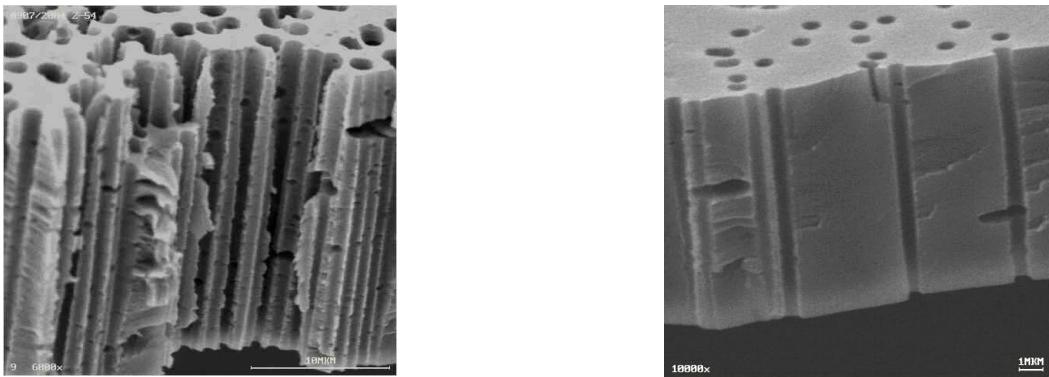


Рис.1 Поперечные сколы трековых мембран из ПЭТФ. Маркер в нижнем правом углу на левой микрофотографии соответствует размеру 10 мкм, на правой – 1 мкм. Снимки и препарирование образцов выполнены О.Л.Орловичем (г.Дубна, ОИЯИ).

химической обработки (травления) облученного материала [1] Толщина  $L$  изготавливаемых пористых мембран определяется выбором исходного материала и согласуется с энергией и зарядом ионов. Обычно  $L = 10 - 25$  мкм для полимерных трековых мембран, изготавливаемых в Лаборатории ядерных реакций им. Г.Н.Флерова (ОИЯИ, г. Дубна). Форма пор и шероховатость стенок каналов зависят от исходного материала и комплекса процедур пострадиационной обработки полимерных мембран. Мы ограничимся случаем цилиндрических сквозных пор с варьируемым диаметром  $D$  при ориентации трековых каналов, нормальной к поверхности образца. Обычно по поверхности пористой пленки вытравленные треки распределены статистически независимо со средней плотностью  $N \gg 1$ . Для рентгеновской оптики практический интерес представляют мембранны с высокой плотностью пор: [5]  $N \approx 10^7 - 10^9 \text{ см}^{-2}$  и одновременно с высокой номинальной пористостью  $P_n$ :  $P_n = (\pi D^2 / 4)N$  (Рис.2), для того, чтобы с меньшими потерями пропускать высокие пространственные частоты в изображении, которое регистрируется с помощью рентгеновского координатного детектора, например, ПЗС матрицей. На Рис.2 показаны параметры  $N$  и  $D$  трековых мембран из ПЭТФ, которые применялись в качестве фильтров детекторов [2,8,9] в лабораторных и орбитальных экспериментах (точки 1–3) и характеристики модельной мембраны, для которой есть только расчеты спектров пропускания. Для образцов с параметрами, указанными на Рис.2 и попадающими в кружок 3, приводятся данные измерений и вычислений спектров пропускания.

Каков принцип действия пористых дифракционных фильтров? Фоновое излучение, длина волны которого соизмерима с диаметром пор или превышает его, дифрагирует на входных отверстиях пор, отклоняясь на большие углы, и далее поглощается в объеме мембраны, испытывая при этом многократное рассеяние и переотражения от стенок пор. Поскольку сам полимер, из которого изготовлена трековая мембрана, как правило, прозрачен для видимого излучения, образец с двух или с одной стороны металлизируется при частичном запылении поверхности стенок пор. Неоднородная металлизация пор по длине каналов автоматически создает оптические ловушки для фонового излучения, а эффективный механизм поглощения достигается из-за присутствия в каждом канале напыленного слоя металла переменной толщины, т.е. согласованной распределенной нагрузки типа «оптический клин». Причем максимальная толщина покрытия может быть намного меньше, чем диаметр пор. Поэтому после одностороннего напыления пористой полимерной пленки при правильно выбранных размерах пор и толщине напыленного слоя мембрана со стороны незапыленного покрытия выглядит на глаз черной и матовой.

В то же время, транспорт рентгеновского излучения в порах имеет иной характер. Из-за особенностей оптических констант однородных сред в рентгеновской области и в зависимости от геометрических и волновых безразмерных факторов  $\lambda / D$  и  $D^2 / \lambda L$  рабочее излучение распространяется через перфорированную насквозь пористую пленку либо по законам геометрической оптики (при малых  $\lambda$  и малом волновом параметре  $\lambda L / D^2$ ), либо достигается волноводный режим распространения при

скользящем падении дифрагированного излучения на стенки пор под углом  $\theta \leq \theta_c$ .

Здесь  $\theta_c = \sqrt{2\delta}$  – критический угол внешнего отражения. В первом случае толщина мембраны меньше или соизмерима с дифракционной длиной пучка  $L \leq l_D = D^2 / 4\lambda$ . При этом, пропускание мембранны в максимуме почти равно эффективной пористости образца. Во втором случае эффекты дифракции рентгеновского излучения (и рефракции волны на кромках материала входных отверстий пор) существенны. Если не принимать во внимание взаимопрессечения каналов пор, возникающие с большой вероятностью при высокой пористости образца, то спектры пропускания мембранны удастся получить расчетным путем, воспользовавшись наличием малых параметров в данной задаче.

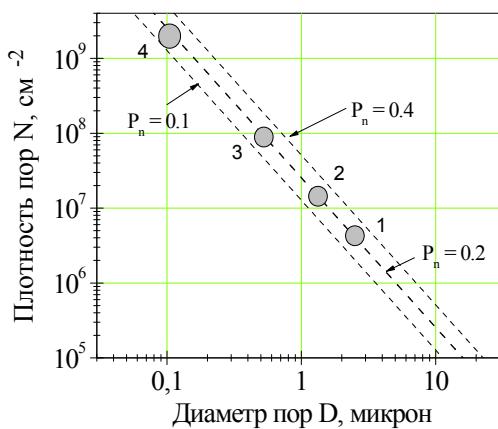


Рис.2. Параметры мембранны, которые использовались в экспериментах [2,8,9] (точки 1–3) и модельной пористой пленки (точка 4) для расчетов волноводного режима распространения рентгеновского излучения в порах. Пунктирные линии  $P_n$  соответствуют постоянным уровням номинальной пористости  $P_n$ .

В рентгеновской области спектра малыми добавками можно считать оптические константы  $\beta$  и  $\delta$ , причем в широкой области спектра выполняется условие  $1 \gg \delta \gg \beta$  с помощью параболического уравнения возможно единное описание транспорта излучения в порах и численный расчет спектров пропускания при произвольном соотношении  $D$ ,  $l_D$  и  $L$ . Адекватность параболического уравнения в задачах рентгеновской оптики [7] определяется малостью длины волны  $\lambda$  и эффектов рефракции, что позволяет рассматривать низшие моды рентгеновского волновода как параксиальные волновые пакеты, распространяющиеся к его оси. Переход к расчету

медленно меняющейся волновой амплитуды  $u(x, y, z)$  радикально упрощает и ускоряет численные расчеты, позволяя использовать конечно-разностные схемы с шагом, существенно превышающим длину волны. В докладе приводятся расчеты пропускания серии мембранны для разных длин волн. Изучались образцы из ПЭТФ с нормальными порами цилиндрической формы с длиной  $L = (22.5 \pm 0.5)$  мкм и плотностью  $N = (0.9 \pm 0.1) \cdot 10^8$  см<sup>-2</sup> [8]. Диаметр пор  $D$  для разных образцов вырывался временем травления и был выбран в пределах 0.4 – 0.8 мкм. Результаты наших расчетов пропускания мембранны сравниваются с данными эксперимента, опубликованными в работе [8].

Оказывается, что для идеально гладких каналов пропускание трехвойной мембранны со сквозными цилиндрическими порами для плоской волны (слабо расходящегося рентгеновского пучка) при нормальном падении равно произведению пористости мембранны на величину пропускания однородной пленки, сделанной из того же материала, что и мембра, но более тонкой, чем  $L$  и имеющей толщину, примерно равную  $L_{eff} \approx (D_c / D)^3 L$ , где

$D_c = \lambda / 2 \theta_c$  – критический диаметр рентгеновского волновода, роль которого выполняет цилиндрическая пора диаметром  $D$  и длиной  $L$ . Этот результат справедлив в широкой области спектра за исключением узких интервалов вблизи краев поглощения, прежде всего вблизи углеродного скачка на длине волны 4.5 нм (для органических полимеров).

Обсуждается селективный вклад рельефа стенок пор и шероховатости поверхности каналов на пропускание пористых рентгеновских фильтров при малых числах Френеля  $N_F = D^2 / \lambda L$ , определенного для одиночной цилиндрической поры.

- [1] Флёрёв Г.Н., Барашенков В.С. Успехи физ. Наук. **114**, №2, 351 (1974).
- [2] Солнечно-земная физика: результаты экспериментов на спутнике КОРОНАС-Ф» / Под ред. В.Д.Кузнецова. – М., Физматлит, 2009. Глава 3. С. 65–127 и Глава 17. С. 426–468.
- [3] [www.cxro.lbl.gov/optical\\_constants/](http://www.cxro.lbl.gov/optical_constants/)
- [4] Powell F.. Current state of the art in Filter and Thin film Performance for Extreme Ultraviolet and X-ray research. Proc. SPIE, **1160**, 37 ( 1989).
- [5]. Mitrofanov A.V, Apel P.Yu. Nucl. Instrum. and Meth. A. **282**, 542 (1989).
- [6] Митрофанов А.В. ПТЭ, №4, 206 (1983).
- [7] Vinogradov A.V., Popov A.V., Kopylov Yu. V., Kurokhtin A.N. Numerical Simulation of X-ray Diffractive Optics. M.: Изд-во А и Б. 1999. С. 29.
- [8] Dominique M, Mitrofanov A.V., Hochedez J.-F. et al. Appl. Opt. 48, №5, 834 (2009).
- [9] Mitrofanov A., Pudonin F, Starodubtsev N., Zhitnik I. Proc.SPIE. 3406, 35 (1998).

# Синхротронные исследования распределения сил осцилляторов в ультрамягкой рентгеновской области спектра нанообразующих и наноструктурных материалов

С.В.Некипелов<sup>1</sup>, В.Н. Сивков<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Коми педагогический институт, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая, 23

<sup>2</sup>Коми научный центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая, 24

e-mail: [NekipelovSV@mail.ru](mailto:NekipelovSV@mail.ru)

Изучение ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (Near Edge X-ray Absorption Fine Structure, NEXAFS) является в течение многих лет источником уникальной информации о фундаментальных закономерностях взаимодействия рентгеновского излучения с веществом и его электронной структуре. Фундаментальным спектроскопическим параметром, определяемым из NEXAFS исследований, является сила осцилляторов рентгеновских переходов. В условиях, когда длина волны излучения значительно превышает размеры атома, сечение фотопоглощения оказывается пропорциональным спектральной плотности силы осцилляторов  $\partial f/\partial E$ , что позволяет проводить непосредственное определение спектрального распределения сил осцилляторов путем интегрирования спектральной зависимости сечений поглощения, измеряемой экспериментально

$$\sigma = \pi e^2 h/mc \frac{\partial f}{\partial E} = 109.8(\text{Mb}\cdot\text{eV}) \frac{\partial f}{\partial E}$$

Сила осцилляторов  $f$  как отдельных переходов, так и широком спектральном интервале, может быть определена путем интегрирования экспериментальной зависимости  $\sigma(E)$ .

Прямым методом измерения сечений поглощения является метод фотопоглощения (трансмиссии). Однако этот метод имеет очень ограниченное применение для твердотельных соединений из-за необходимости приготовления и тестирования образцов в виде свободных пленок или слоев толщиной не менее 30-100 нм на подложках, прозрачных для ультрамягкого рентгеновского излучения. Кроме того из-за большой толщины поглотителя в процессе измерения сечений поглощения необходимо учитывать искажения связанные с «эффектом толщины», который очень сильно проявляется при измерениях интенсивных и узких резонансов. В таких случаях необходимо применять косвенный метод – метод квантового выхода внешнего рентгеновского фотоэффекта, величина которого прямо пропорциональна сечениям поглощения и интенсивности падающего излучения. В настоящее время при использовании высокоинтенсивного синхротронного излучения (СИ) для измерения квантового выхода обычно применяется метод полного электронного выхода (Total Electron Yield, TEY). Существенным преимуществом TEY перед фотопоглощением является отсутствие «эффекта толщины» вследствие малой глубины выхода фотоэлектронов из поверхности

образца. Получение данных по спектральным зависимостям сечений поглощения и силам осцилляторов рентгеновских переходов из измерений TEY сопряжено с решением таких нетривиальных проблем как подавление и измерение немонохроматического фона и излучения кратных порядков. А также определения интенсивности монохроматического СИ и сигнала TEY в относительных единицах.

Ранее нами была разработана и апробирована экспериментальная методика получения абсолютных сечений поглощения с корректным учетом степени монохроматичности падающего СИ, которая была подробно описана в работах [1-5]. В данном докладе рассматриваются обобщенные результаты, полученные с использованием этой методики.

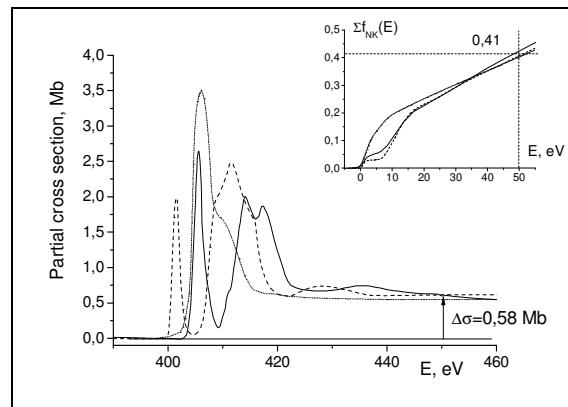


Рис.1. Парциальные сечения кристаллов  $\text{NaNO}_3$  (сплошная линия) и  $\text{NaNO}_2$  (пунктирная линия) и  $\text{NH}_4\text{F}$  (точечная линия) в расчете на один атом азота. На вставке спектральные зависимости сумм N1s – парциальных сил осцилляторов этих соединений.

Исследования методом трансмиссии NEXAFS 1s спектров поглощения атомов углерода, азота, кислорода и фтора в простых молекулах и ряде твердотельных соединений показало [5], что наблюдаемые закономерности в спектральных зависимостях сечений поглощения и распределениях парциальных сил осцилляторов наблюдается хорошее соответствие в рамках одноэлектронного приближения. При этом наблюдается: (i) равенство величин скачков сечения поглощения перед 1s- порогом ионизации и в области 50 эВ выше порога для разных соедине-

ний, характерных для атомов углерода (0.63 Мб), азота (0.58 Мб) (рис.1), кислорода (0.46 Мб) и фтора (0.34 Мб); (ii) равенство в разных соединениях интегральных парциальных 1s–сил осцилляторов рентгеновских переходов в области NEXAFS, имеющих характерное значение для 1s – края поглощения каждого атома 0.53 (углерод), 0.43–0.41 (азот), 0.27 (кислород) и 0.18 (фтор). Полученные результаты позволяют использовать атомные сечения поглощения для нормировки сечений поглощения, полученные в относительных единицах, и рассматривать перераспределение сил осцилляторов парциальных сечений при изменении химического состояния атома, в частности за счет изменения его ближайшего окружения.

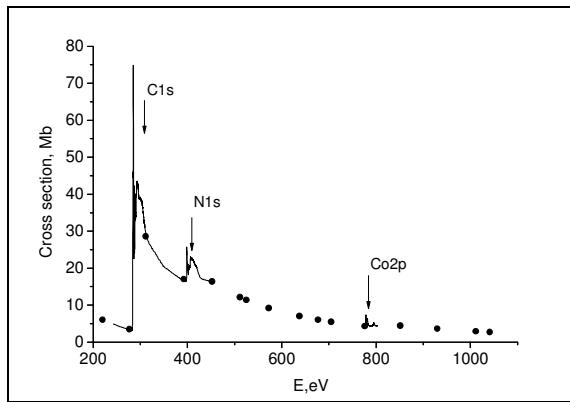


Рис.2. Спектральные зависимости CoPc (сплошная линия) и рассчитанные как сумма атомных сечений молекулы CoPc (черные точки).

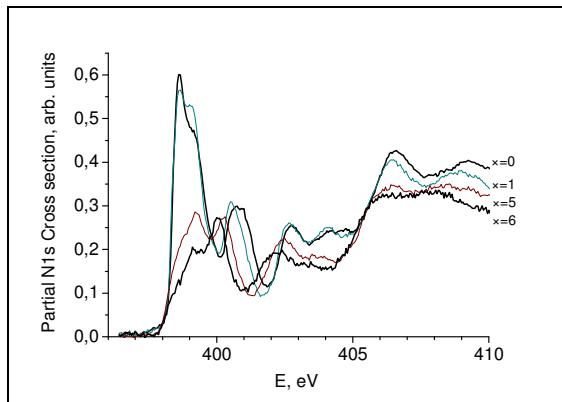


Рис.3. NEXAFS N1s спектры CoPc+ $x$ K в зависимости от степени допирования атомами калия,  $x$  – концентрация K (отн. ед.).

Примером такого перераспределения сил осцилляторов являются N1s-спектры поглощения фталоцианина кобальта (CoPc) при его допировании атомами калия. Исследования показали, что с увеличением концентрации атомов калия на поверхности CoPc происходит последовательное полное заполнение  $1e_g(d_\pi)$  – молекулярной орбитали фталоцианина кобальта, которое сопровождается синхронным уменьшением силы осцилляторов соответствующей интенсивной

полосы поглощения в C1s, N1s и Co2p спектрах поглощения. (Рис.2-3)

Другим примером применения абсолютных измерений сил осцилляторов является изучение композитов многослойная углеродная нанотрубка (МУНТ) с металлическим покрытием для получение информации о структурных особенностях и атомном составе интерфейса образцов МУНТ с покрытием пиролитического хрома и железа (рис.4-5). Область применения метода ТЕY ограничена глубиной выхода фотоэлектронов. В случае, когда толщина покрытия составляет несколько монослоев, этим методом оказывается возможным исследовать строение интерфейса МУНТ – металлическое покрытие и определить эффективную толщину покрытия. Полагая равномерную толщину слоя  $d$  оксида хрома на поверхности МУНТ, из отношения площадей под парциальными C1s зависимостями МУНТ ( $S_M$ ) и композита ( $S_K$ ), можно определить толщину покрытия  $d$ , используя соотношение:

$$S_M/S_K = \text{Exp}(d/\lambda)$$

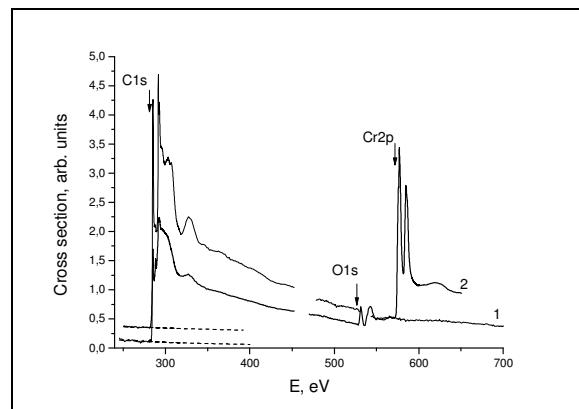


Рис. 4. Спектральные зависимости сигнала ТЕY от МУНТ (1) и от композита МУНТ-пиролитический хром (2). Штриховыми линиями указаны экстраполяции из длинноволновой области спектра. Стрелками отмечены положения краев поглощения.

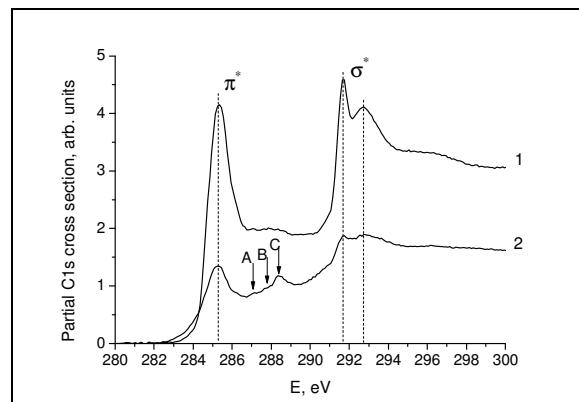


Рис. 5. Парциальные сечения поглощения в области NEXAFS C1s-края поглощения МУНТ (1) и композита МУНТ-пиролитический хром (2).

В случае покрытия поверхности МУНТ пиролитическим Cr толщина слоя  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  была равна 0.8

нм, а для покрытия пиролитическим Fe толщина оксида  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  равна 0.9 нм.

Развитая методика проведения измерения распределения сил осцилляторов в области NEXAFS методом TEY была применена для изучения самоорганизующихся двухмерных протеиновых слоев S-layer [2]. Упорядоченный протеиновый слой S layer толщиной около 5 нм на поверхности кремния [ $\text{SiO}_x/\text{Si}(100)$ ] имеет симметрию  $p4$  с постоянной решетки 12.5 нм. Исследование распределения сил осцилляторов рентгеновских переходов (абсолютных сечений поглощения) в области C, N и O 1s - краев поглощения в S-layer показано, что основные элементы тонкой структуры спектров поглощения обусловлены рентгеновскими переходами в пептидной группе CONH белковой структуры S-layer (рис.6).

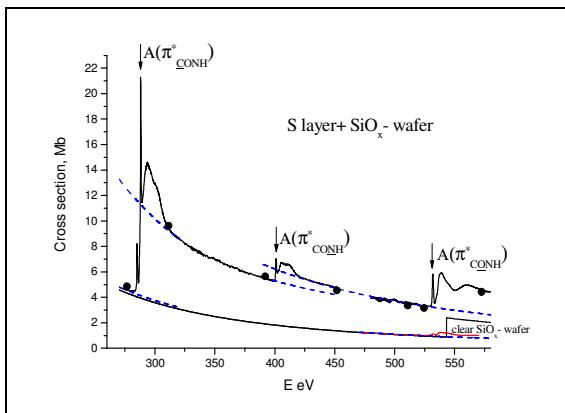


Рис.6. Спектральная зависимость сечений поглощения S layer +  $\text{SiO}_x$  – подложка и  $\text{SiO}_x/\text{Si}(100)$  – подложки. Пунктиром показаны экстраполированные значения сечений поглощения, а кружочками сумма атомных сечений поглощения.

Из анализа абсолютных сечений поглощения и с учетом относительного атомного состава S layer была рассчитана усредненная атомная группа (в расчете на один атом азота),  $\text{NO}_{1.24}\text{C}_{3.87}$  а также вклад кремниевой подложки ( $\text{Si}_{1.24}\text{O}_{0.29}\text{C}_{0.13}$ ) в сечение поглощения.

В процессе исследований было также обнаружено, что вызванное синхротронным излучением радиационное повреждение образцов белка существенно изменяет распределение сил осцилляторов в области NEXAFS 1s спектров поглощения. Знание абсолютных значений сечения поглощения позволяет вычислять величину поглощенной дозы (D) в любой момент времени и, соответственно, в любой точке спектра в процессе сканирования

$$D = \frac{s}{M} \int \sigma \cdot N \cdot Edt = \frac{s}{M \cdot V_E} \int \sigma \cdot N \cdot EdE$$

где  $\sigma(E)$  – сечение поглощения S layers, N – плотность потока монохроматического синхротронного излучения (photon-flux), S – сечение пятна падающего на образец СИ, M – молекулярная

масса белка S layer, E – энергия фотона, t – выдержка,  $V_E$  – скорость сканирования. Анализ полученных зависимостей показывает, что с увеличением поглощенной дозы происходит разрыв пептидной связи в соответствующих белках S layer (рис.7).

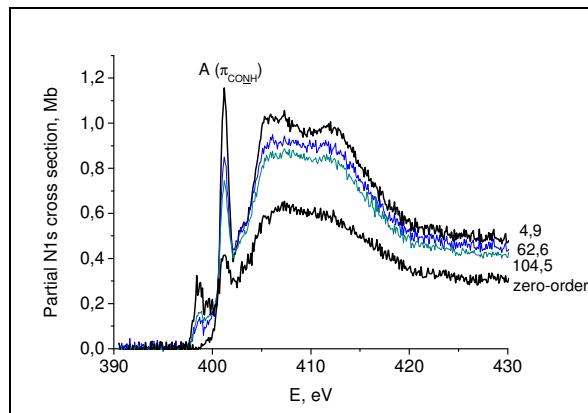


Рис.7. Радиационные изменения в N1s-спектре поглощения S layer под действием СИ в зависимости от дозы излучения (в МГр). Для сравнения приведен спектр после облучения нулевым порядком СИ.

Представленные выше результаты проведенных исследований наглядно демонстрируют, что разработанная нами методика определения сил осцилляторов с использованием метода TEY позволяет получать уникальную информацию об электронной и пространственной структуре новых наноразмерных иnanoструктурных материалов, в том числе с различного типа нанослойными покрытиями и допирования поверхности отдельными атомами, с образованием нанокластеров на поверхности данных структур.

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY-II и при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ (№ 12-02-00088-а и Президиума КНЦ УрО РАН - 12-У-1-1010).

- [1] Сивков В.Н., Виноградов А.С., Некипелов С.В., Сивков Д.В., Вяльых Д.В., Молодцов С.Л. Опт. и спектр., 2007, Т.102, С.413-417
- [2] Kummer K., Sivkov V.N., D. V. Vyalikh, V.V. Maslyuk, A. Blüher, S. V. Nekipelov, T. Bredow, I. Mertig, M. Mertig, S. L. Molodtsov. Phys Rev B, 2009. V.80, 155433
- [3] Сивков В.Н., Некипелов С.В., Вяльых Д.В., Молодцов С.Л. Известия Коми научного центра Уральского отделения РАН. 2010. №2. с.13-17.
- [4] Sivkov V. N., G.S. Zabrodina, S.V. Nekipelov, O.V. Petrova, E.A. Shchupak, D. V. Vyalikh, S.L. Molodtsov. Макрогетероциклы. 2011. Т. 4. №3. С. 213-215.
- [5] Некипелов С.В., А.С. Виноградов, В.Н. Сивков. Известия КНЦ УрО РАН. 2011. №2. С.12-18.

# ЭФФЕКТ БОРМАНА В РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

А.П.Орешко

МГУ имени М.В.Ломоносова, физический факультет, 119991, г.Москва, Ленинские горы, 1  
oreshko@mail.ru

## Введение

Резонансная дифракция (РД) рентгеновского излучения (РИ) наблюдается при энергии падающего излучения, близкой к краю поглощения какого-либо элемента, входящего в состав кристалла, и является развивающимся методом изучения свойств кристаллов [1].

Так как вблизи краев поглощения величина коэффициента поглощения резко увеличивается и, тем самым, уменьшается глубина проникновения излучения в вещество, для интерпретации полученных экспериментальных данных по РД используется кинематическое приближение теории дифракции.

Однако в [2] была показана возможность возникновения при РД в совершенных кристаллах динамического эффекта аномального прохождения, аналогичного эффекту Бормана в динамической теории дифракции РИ [3] и эффекту Кагана-Афанасьева [4] – эффекту аномального прохождения  $\gamma$ -квантов, резонансно взаимодействующих с ядрами в кристалле.

В [5] эффект аномального прохождения при РД рентгеновского синхротронного излучения впервые наблюдался экспериментально в симметричной геометрии Лауз в кубических кристаллах железо-иттриевого и гадолиний-галлиевого гранатов вблизи  $K$ -края поглощения железа и  $L$ -краев поглощения гадолиния соответственно.

В настоящей работе на основе решения уравнений Максвелла в среде с периодически меняющейся поляризумостью решена задача динамического рассеяния РИ в условиях РД в компланарной геометрии Лауз и проведено сравнение теоретических результатов с экспериментальными данными.

## Компланарная геометрия Лауз

Рассмотрим задачу о дифракционном отражении плоской монохроматической волны  $E_0\exp(i\mathbf{k}_0\mathbf{r})$  от идеального монокристалла конечной толщины  $d$  в условиях РД в компланарной геометрии Лауз. Излучение падает из вакуума под углом скольжения  $\phi_0 \gg \phi_c$  ( $\phi_c = \arcsin(|\chi_0|^{1/2})$  – критический угол полного внешнего отражения) к поверхности так, что имеет место дифракционное отражение от атомно-кристаллических плоскостей, составляющих угол  $\psi$  с нормалью  $\mathbf{n}$ , направленной

вглубь кристалла вдоль оси  $z$ .

Поле в вакууме над поверхностью кристалла состоит из одной падающей волны с амплитудой  $A_0$ :

$$\mathbf{E}_{vac}(\mathbf{r}) = A_0\exp(i\mathbf{k}_0\mathbf{r}).$$

Рентгеновская волна возбуждает в кристалле когерентную суперпозицию проходящей и дифрагированной волн. Как отмечалось в [6], и при рассмотрении поля в кристаллической пластинке нужно учитывать 4 проходящие и 4 дифрагированные волны:

$$\mathbf{E}_{cr}(\mathbf{r}) = \sum_{j=1}^4 [\mathbf{E}_{0j}\exp(i\mathbf{q}_{0j}\mathbf{r}) + \mathbf{E}_{hj}\exp(i\mathbf{q}_{hj}\mathbf{r})],$$

где  $E_{0,h}$  – амплитуды,  $\mathbf{q}_{0,h}$  – волновые векторы проходящей и дифрагированной волн в кристалле. Поле в вакууме “под кристаллом” состоит из проходящей волны с амплитудой  $\mathbf{B}_0$  и волновым вектором  $\mathbf{b}_0$  и дифрагированной волны с амплитудой  $\mathbf{B}_h$  и волновым вектором  $\mathbf{b}_h$ :

$$\mathbf{E}_{vac}^{(2)}(\mathbf{r}) = \mathbf{B}_0\exp(i\mathbf{b}_0\mathbf{r}) + \mathbf{B}_h\exp(i\mathbf{b}_h\mathbf{r}).$$

В геометрии Лауз волновые векторы волн в вакууме связаны соотношениями:  $|\mathbf{k}_0| = |\mathbf{b}_0| = k_0$ ,  $k_{0z} = b_{0z} = \gamma_0 k_0$ ,  $b_{hz} = \gamma_h k_0$ , где  $\Phi_h$  – угол выхода дифрагированного излучения в вакуум по отношению к “выходной” поверхности кристалла. Отличительной особенностью геометрии Лауз является тот факт, что  $\gamma_{h0} > 0$ .

Введем обозначения  $f_{0(h)} = \exp\{ib_{0(h)z}d\}$ ,  $g_{0(h)j} = \exp\{iq_{0(h)jz}d\}$  и учтем связь между амплитудами дифрагированных и проходящих волн в кристалле ((6) из [6]). В этом случае граничные условия непрерывности тангенциальных компонент электрических и магнитных полей на границе вакуум-кристалл и кристалл-вакуум примут вид:

$$A_0^\sigma = \sum_{j=1}^4 E_{0j}^\sigma, \quad 0 = \sum_{j=1}^4 R_{hj}^\sigma E_{0j}^\sigma, \quad (1a, 1\delta)$$

$$A_0^\pi = \sum_{j=1}^4 R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^\sigma, \quad 0 = \sum_{j=1}^4 R_{hj}^\pi R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^\sigma, \quad (1\epsilon, 1\vartheta)$$

$$\sum_{j=1}^4 E_{0j}^\sigma g_{0j} = B_0^\sigma f_0, \quad \sum_{j=1}^4 R_{hj}^\sigma E_{0j}^\sigma g_{hj} = B_h^\sigma f_h, \quad (2a, 2\delta)$$

$$\sum_{j=1}^4 R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^\sigma g_{0j} = B_0^\pi f_0,$$

$$\sum_{j=1}^4 R_{hj}^\pi R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^\sigma g_{hj} = B_h^\pi f_h, \quad (2e, 2e)$$

а решение системы граничных условий (1, 2) для амплитуд дифрагированных и прошедших волн – вид

$$B_0^\sigma = R_{32} A_0^\sigma + R_{31} A_0^\pi, \quad (3a)$$

$$B_0^\pi = R_{42} A_0^\sigma + R_{41} A_0^\pi, \quad (3b)$$

$$B_h^\sigma = R_{52} A_0^\sigma + R_{51} A_0^\pi, \quad (3c)$$

$$B_h^\pi = R_{62} A_0^\sigma + R_{61} A_0^\pi, \quad (3d)$$

где введены обозначения

$$\begin{aligned} G_{4j} &= -R_{hj}^\sigma / R_{h4}^\sigma, \\ G_{3j} &= -[R_{hj}^\pi R_{0j}^{\sigma\pi} + R_{h4}^\pi R_{04}^{\sigma\pi} G_{4j}] / [R_{h3}^\pi R_{03}^{\sigma\pi} + R_{h4}^\pi R_{04}^{\sigma\pi} G_{43}], \\ F_{4j} &= G_{4j} + G_{43} G_{3j}, \quad P_{1r} = 1 + G_{3r} + F_{4r}, \\ P_{1r} &= R_{0r}^{\sigma\pi} + R_{03}^{\sigma\pi} G_{3r} + R_{04}^{\sigma\pi} F_{4r}, \quad (r = 1, 2) \\ P_{3r} &= (g_{0r} + g_{03} G_{3r} + g_{04} F_{4r}) / f_0, \\ P_{4r} &= (R_{0r}^{\sigma\pi} g_{0r} + R_{03}^{\sigma\pi} g_{03} G_{3r} + R_{04}^{\sigma\pi} g_{04} F_{4r}) / f_0, \\ P_{5r} &= (R_{0r}^\sigma g_{hr} + R_{0r}^\sigma g_{h3} G_{3r} + R_{0r}^\sigma g_{h4} F_{4r}) / f_h, \\ P_{6r} &= (R_{hr}^\pi R_{0r}^{\sigma\pi} g_{hr} + R_{h3}^\pi R_{03}^{\sigma\pi} g_{h3} G_{3r} + \\ &\quad + R_{h4}^\pi R_{04}^{\sigma\pi} g_{h4} F_{4r}) / f_h, \\ T_0 &= P_{11} P_{22} - P_{21} P_{12}, \quad T_{uv} = (-1)^v (Q_{u1} Q_{v2} - Q_{u2} Q_{v1}), \\ R_{uv} &= T_{uv} / T_0, \quad T_{vv} = (-1)^v (P_{w1} Q_{v2} - Q_{w2} Q_{v1}), \\ R_{vv} &= T_{vv} / T_0, \quad (u = 3, 4; w = 5, 6; v = 1, 2). \end{aligned}$$

Еще большая задача упрощается при рассмотрении дифракционного отражения при больших углах скольжениях от совершенного монокристалла, обладающего кристаллической решеткой с кубической симметрией. В этом случае фурье-компоненты тензора диэлектрической поляризуемости примут вид  $\hat{\chi}^{0,\pm h} = \chi^{0,\pm h} \delta_{ij} + \chi^{0,\pm h}_{ij} \delta_{ij}$  ( $i, j = 1-3$ ), а под фурье-компонентами  $\chi_{ij}^{0,\pm h}$  будем понимать не только диполь-дипольный, но и диполь-квадрупольный, квадруполь-квадрупольный и т.д. вклады:

$$\begin{aligned} \chi_{ij}^{0,\pm h} &= \chi_{ij}^{dd,0,\pm h} + (\chi_{ijl} k_l + \chi_{ijl}^{'} k_l^{'})^{0,\pm h} + \\ &+ (\chi_{injl} k_n^{'})^{0,\pm h} + \dots \end{aligned}$$

Основная система уравнений динамической теории примет вид

$$\begin{aligned} (\delta_0 - \chi^0) E_0^{(1)} - \chi_{11}^0 E_0^{(1)} - \chi^h E_h^{(1)} - \\ - \chi_{11}^{-h} E_h^{(1)} = 0, \\ - \chi^h E_0^{(1)} - \chi_{11}^h E_0^{(1)} + (\delta_h - \chi^0) E_h^{(1)} - \\ - \chi_{11}^0 E_h^{(1)} = 0, \\ (\delta_0 - \chi^0) E_0^{(2)} - \chi_{22}^0 E_0^{(2)} - C^{(2)} \chi^{-h} E_h^{(2)} - \\ - C^{(2)} \chi_{22}^{-h} E_h^{(2)} = 0, \\ C^{(2)} \chi^h E_0^{(2)} - C^{(2)} \chi_{22}^h E_0^{(2)} + (\delta_h - \chi^0) E_h^{(2)} - \\ - (\chi_{22}^0 C^{(2)} - \chi_{33}^0 C^{(3)}) E_h^{(2)} = 0, \end{aligned}$$

где волны с разными состояниями поляризации разделяются, а дисперсионное уравнение становится уравнением второй степени и его решения определяются простым аналитическим выражением (для  $\sigma$ -поляризации падающей волны):

$$\begin{aligned} \epsilon_{1,2} &= [\{\eta^0(1-b) - \alpha b\} \pm \\ &\quad \pm \{[\eta^0(1+b) + \alpha b]^2 - 4b\eta^h\eta^{-h}\}^{1/2}] / 4\gamma_0, \end{aligned}$$

где  $\eta^{0,\pm h} = \chi^{0,\pm h} + \chi_{11}^{0,\pm h}$ , а  $b = \gamma_0 / |\gamma_{h0}|$  – фактор асимметрии.

В случае симметричной дифракции ( $b = -1$ ) выражение для величин аккомодации еще упрощается и принимает вид

$$\epsilon_{1,2} = [2\eta^0 - \alpha] \pm \{\alpha^2 + 4\eta^h\eta^{-h}\}^{1/2} / 4. \quad (4)$$

В соответствии с (4), каждое из волновых полей затухает по мере прохождения вглубь кристалла со своим интерференционным коэффициентом поглощения  $\mu$  [3]

$$\mu_{1,2} = (2\pi/\lambda) \text{Im}(\epsilon_{1,2}).$$

Таким образом, одно из волновых полей будет ослабляться с коэффициентом меньшим, чем нормальный коэффициент поглощения  $\mu_{1,2} = (\pi/\lambda) \text{Im}(\eta^0)$ , а другое – с большим. При этом волновое поле, соответствующее меньшему коэффициенту поглощения, имеет такое пространственное распределение, что на атомные плоскости приходятся узлы суммарного поля, что и объясняет физическую природу уменьшения поглощения – эффекта Бормана.

### Эффект Бормана в резонансной дифракции

Для количественного описания эффекта Бормана, проведем вычисление интенсивности прошедшей волны  $|B_0^\sigma|^2$  (3.a) в симметричной геометрии Лауз для  $\sigma$ -поляризованного падающего РИ для отражения 008 излучения в железо-иттриевом ( $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  –  $YIG$ ) и гадолиний-галлиевом ( $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$  –  $GGG$ ) гранатах (пространственная группа  $Ia3d$ ) с толщинами 0.5 мм и 0.57 мм соответственно вблизи  $K$ -края поглощения в железе и  $L$ -краев поглощения в гадолинии соответственно, и проведем сравнение полученных результатов с экспериментом [7]. При таком выборе толщин кристаллов  $t$   $YIG$  и  $GGG$  выполняется условие  $\mu t > 10$ , где  $\mu$  – коэффициент поглощения.

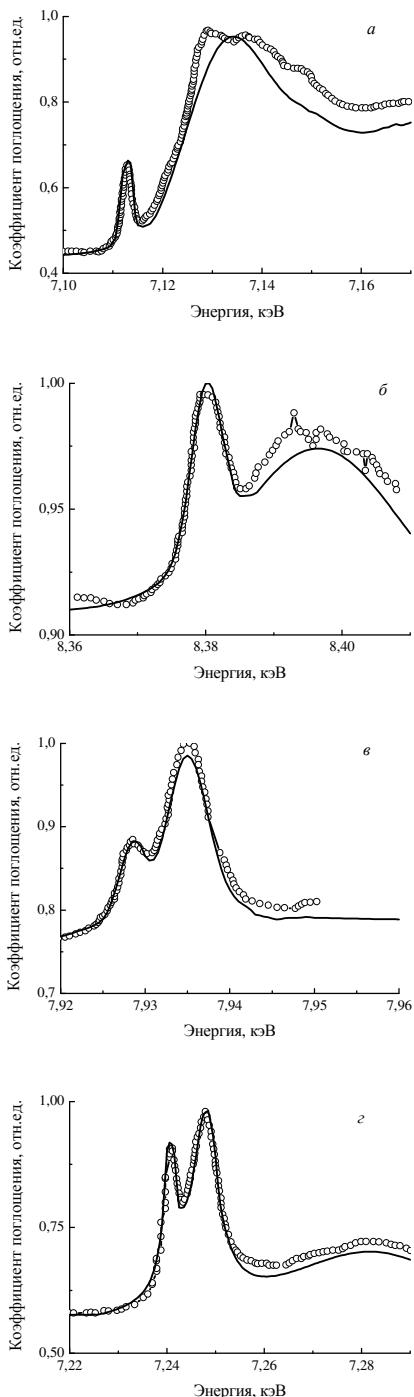
На рис. 1 представлены нормированные результаты вычисления коэффициента поглощения

$$\mu = -(1/t) \log(I/I_0),$$

где  $t$  – толщина кристалла,  $I_0$  – интенсивность падающего излучения ( $I_0 = 1$ ),  $I$  – интенсивность прошедшего через кристалл излучения  $|B_0^\sigma|^2$ . Предварительно вычислялся тензор ДП для идеального кристалла без учета колебаний атомов около их положения равновесия (т.е. при  $0K$ ) с учетом всех вкладов до квадруполь-квадрупольного включительно.

Видно, что результаты вычисления находятся в хорошем соответствии с результатами эксперимента. Так как эксперимент проводился при конечных температурах, неизбежно присутствовали тепловые колебания атомов, что приводит к смешению атомов из узлов и пучностей

поля и проявляется в увеличении коэффициента поглощения относительно идеального случая (экспериментальные значения выше теоретических, что наиболее ярко заметно на хвостах кривых).

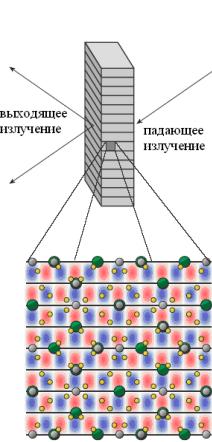


*Рис. 1.* Экспериментальная и расчетная зависимости коэффициента поглощения вблизи края поглощения для отражения 008 в кристаллах  $YIG$  (толщина 0.5 мм) (*а* – К-край поглощения Fe) и  $GGG$  (толщина 0.57 мм) (*б* –  $L_1$ -край поглощения Gd, *в* –  $L_2$ -край поглощения Gd, *г* –  $L_3$ -край поглощения Gd) от энергии падающего излучения:  $\circ$  – экспериментальные данные [7], сплошная кривая – расчет.

Анализ коэффициент поглощения показы-

вает, что величины диполь-дипольного и квадруполь-квадрупольного вкладов сопоставимы по величине, а положение и величина максимума квадруполь-квадрупольного вклада соответствует максимуму полного коэффициента поглощения в предкраевой области.

На рис. 2 схематично представлено расчетное распределение полного поля внутри кристалла (положительная амплитуда электрического поля показана красным, отрицательная – синим, нулевая – бесцветная).



*Рис. 2.* Схематичная структура полного поля в кристаллах граната.

Сильно поглощающие атомы – Ga/Fe (серые точки на рис. 2) и Gd/Y (зеленые) находятся в точках с нулевой амплитудой поля, но максимальным градиентом изменения поля. В то же самое время слабо поглощающие атомы O (желтые) находятся в точках с ненулевой амплитудой поля.

Таким образом, обычно доминирующий диполь-дипольный вклад в поглощение (в данном случае в него дают вклад только атомы кислорода) уменьшается и становится сопоставимым с квадруполь-квадрупольным вкладом (в него дают вклад тяжелые атомы), что приводит к возникновению дополнительной структуры краев поглощения и проявлению заметного максимума в предкраевой области. Это заметным образом проявляется на энергетической зависимости коэффициента поглощения и легко может быть определено экспериментально.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты 12-02-00924-а и 13-02-00760-а). Вычисления выполнены на суперкомпьютерном комплексе СКИФ МГУ.

- [1] Dmitrienko V.E., Ishida K., Kirfel A., Ovchinnikova E.N., *Acta Cryst. A*, **61**, 481 (2005).
- [2] Орешко А.П., Вестн. Моск. ун-та. Сер. 3, №3, 49 (2007).
- [3] Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М., Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев. Наука, Москва (1989).
- [4] Афанасьев А.М., Каган Ю., ЖЭТФ. **48**, 327 (1965).
- [5] Pettifer R.F., Collins S.P., Laundy D., *Nature*. **454**, 196 (2008).
- [6] Орешко А.П., Сб. докл. VI-го Междунар. научн. сем. “Современные методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики”. В.Новгород, (2013).
- [7] Collins S.P., Tolkihn M., Laurits T. et al, *Eur. Phys. J. Special Topics*. **208**, 75 (2012).

# СТРУКТУРНЫЕ ПЕРЕСТРОЙКИ В ПРОЦЕССЕ НАСЫЩЕНИЯ КИСЛОРОДОМ КЕРАМИК И МОНОКРИСТАЛЛОВ $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$ ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ

Н.В. Подберезская, В.Ю. Комаров, А.И. Смоленцев, М.Ю. Каменева,  
Л.П. Козеева, А.Н. Лавров

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090,  
Новосибирск-90, Просп. Лаврентьева, 3.

e-mail: podberez@niic.nsc.ru

Последние 10 лет возник и не угасает интерес к исследованию сложных оксидов кобальта  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$ , относящихся к структурному типу сведенборгита [1-7]. Кристаллическая структура этих соединений образована упаковкой двух типов слоев атомов кислорода: один по закону плотнейшей упаковки, второй – сетки Кагомэ, центрированной ионами бария; атомы кобальта имеют исключительно тетраэдрическую координацию; атомы иттрия располагаются в октаэдрической позиции [2, 5]. Выявлена их уникальная способность обратимо поглощать и отдавать до 1.5 формульных единиц кислорода в области температур  $\sim 300\text{-}400^\circ\text{C}$  – рекордно низкой для кислородпроводящих материалов. Модель структурных преобразований для  $x=1.1$  предложена в работе [4] по данным нейтронной дифракции. Сведения об исследованиях структурной перестройки на монокристаллах в литературе отсутствуют. В настоящей работе по монокристальным данным предложена структура кристаллов, насыщенных кислородом в тех же условиях, что и керамические образцы. Кристаллизация проведена в тиглях из оксида циркония раствор-расплавным методом из нестехиометрического расплава системы  $0.077\text{Y}_2\text{O}_3\text{-}0.369\text{BaCO}_3\text{-}0.554\text{Co}_3\text{O}_4$  [5, 6]. Получены беспримесные кристаллы состава  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$  (рис.1) и проведено насыщение

кислородом по методике, разработанной нами ранее для керамических образцов (рис.2а) [5, 7].

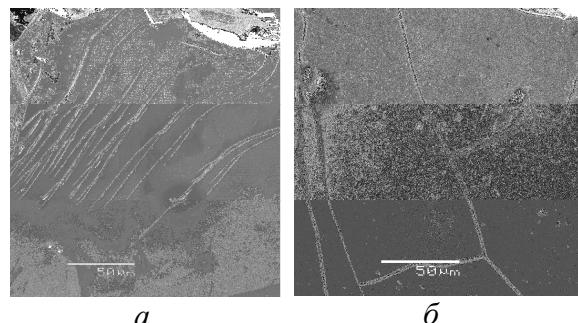


Рис. 1. Типичная поверхность кристаллов  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$  с разным содержанием кислорода:  $x=0$  (а)  $x=1.4$  (б)

Нами проведены детальные *ex situ* и *in situ* структурные исследования керамических образцов с использованием синхротронного излучения (рис. 2 б, 3), которые показали, что перестройка кристаллической структуры носит характер фазового перехода первого рода между двумя фазами (родительской гексагональной [2, 5] и насыщенной кислородом ромбической [4]), различающимися параметрами и симметрией кристаллической решетки и содержанием кислорода.

Исследованы два монокристалла размерами  $0.12 \times 0.10 \times 0.10$  и  $0.35 \times 0.24 \times 0.17$  мм. Экспериментальные данные получены на автоматическом монокристальном дифрактометре Bruker X8APEX с CCD детектором с использованием MoK $\alpha$  излучения и графитового монохроматора. Параметры элементарных ячеек этих кристаллов  $a = 31.843$ ,

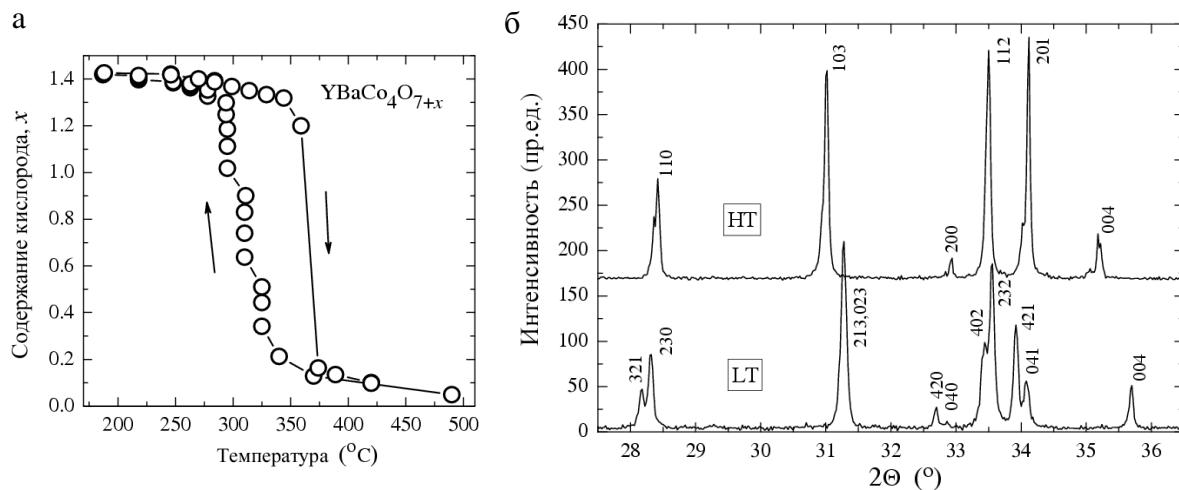


Рис. 2 Изменение концентрации кислорода в массивном ( $\sim 1 \text{ см}^3$ ) образце керамики  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$  при медленном ступенчатом нагреве и охлаждении на воздухе (а). Фрагменты рентгенограмм (СИ,  $\lambda = 0.15466 \text{ нм}$ ), снятых при комнатной температуре для образцов  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$  с высоким содержанием кислорода  $x \approx 1.4$  и низким содержанием кислорода  $x \approx 0$  (б). Индексы отражений приведены для орторомбической структуры  $Pbc2_1$ ,  $a_o = 12.7087$ ,  $b_o = 10.9328$ ,  $c_o = 10.0937 \text{ \AA}$  и гексагональной структуру  $P6_{3}mc$ ,  $a_{\text{hex}} = 6.3000 \text{ \AA}$ ,  $c_{\text{hex}} = 10.2298 \text{ \AA}$ . [7].

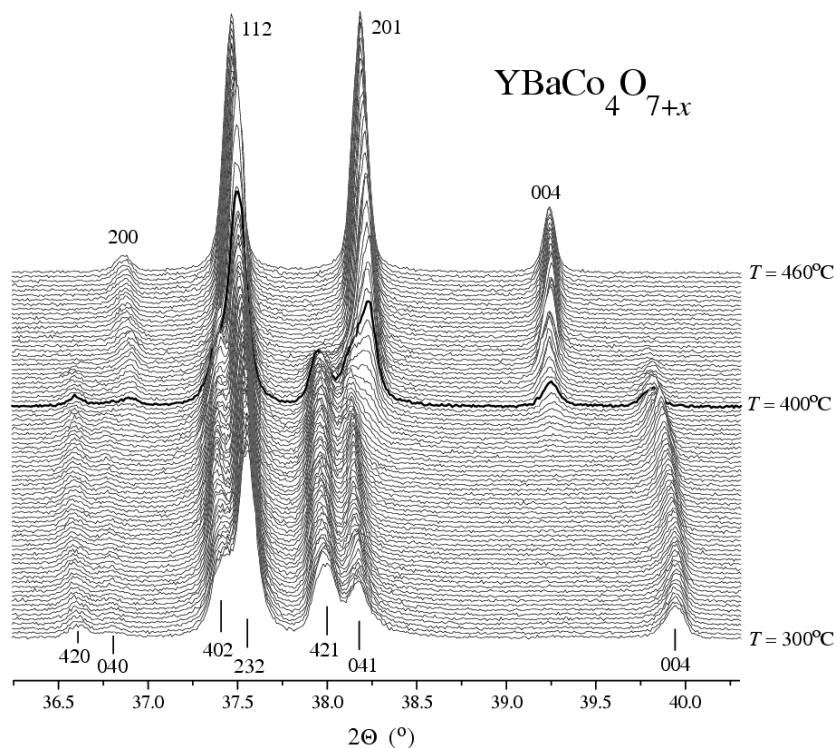


Рис. 3 Эволюция кристаллической структуры  $\text{YBaCo}_4\text{O}_{7+x}$  при нагреве, исследованная с использованием СИ ( $\lambda = 0.1731 \text{ нм}$ ). Дифракционные кривые были получены при нагреве порошка с исходным содержанием кислорода  $x \approx 1.4$  на воздухе от 300°C до 460°C с шагом 2°C (скорость нагрева образца 2°C/мин., время регистрации дифрактограммы – 1 мин.). На рисунке выделена кривая в области фазового перехода, при котором происходит изменение содержания кислорода от  $x \approx 1.4$  до  $x \approx 0$ . При фазовом переходе происходит изменение не только параметров решетки, но и типа симметрии. Приведена индексация дифракционных пиков для орторомбической ячейки (область низких температур) и гексагональной ячейки (высокие температуры) [7].

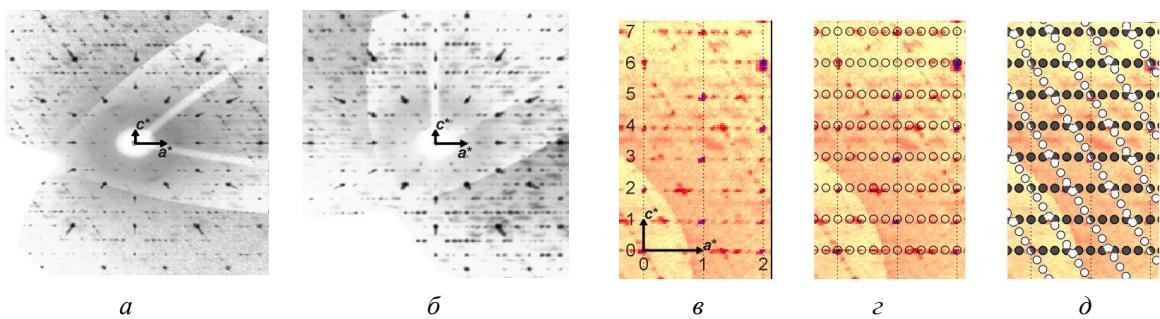


Рис. 4. Плоскость  $(h0l)$  обратного пространства двух кристаллов ( $a, b$ ) в установке по увеличению параметров ( $a = 6.35, b = 10.11, c=10.955\text{\AA}$ ) и фрагменты, демонстрирующие пятикратное увеличение параметра  $a$  ( $c$ ,  $\bar{c}$ ) и модель двойникования ( $d$ ).

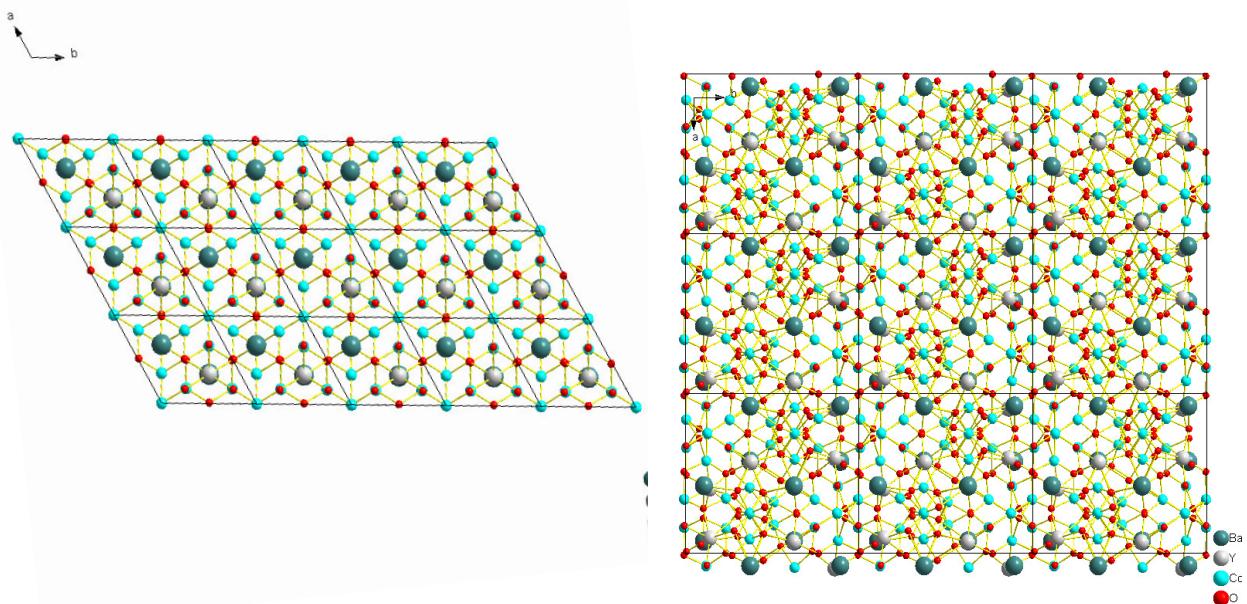


Рис. 5. Проекции кристаллических структур вдоль оси  $c$ , показывающие сходство и различие в строении кристаллов с разным содержанием кислорода:  $x = 0$  ( $a$ ) и  $x = 1.4$  ( $b$ ). Установка осей элементарной ячейки кристалла в структурных расчетах изменена в соответствии с матрицей 100/001/010.

$31.898; b = 10.923, 10.938, c = 10.096, 10.111 \text{ \AA}$  для одного и другого соответственно, пр.гр.  $Pbc2_1$ . Связь параметров полученных ромбических ячеек с исходной гексагональной [5] выражается соотношениями  $a_{\text{ромб}} = a_{\text{гекс}} \times 5$ ,  $b_{\text{ромб}} = b_{\text{гекс}} \times \sqrt{3}$  и  $c_{\text{ромб}} \approx c_{\text{гекс}}$ . В отличие от [4] параметр  $a$  увеличен не в 2, а в 5 раз (рис 4, 5) что очень трудно предсказать, имея порошковые данные. На основании монокристальных данных выявлено, что в процессе насыщения кислородом монокристаллов происходит двойникование кристаллов, обусловленное симметрийной эквивалентностью параметров  $a$  и

$b$  родительской гексагональной ячейки ненасыщенного кристалла (рис. 5).

1. Valldor M., Andersson M. // Solid State Sci. 2002. V. 4. P. 923.
2. Valldor M. // Solid State Sci. 2004. V. 6. P. 251.
3. Valldor M., Hollmann N., Hemberger J., Mydosh J.A. // Phys. Rev. B. 2008. V. 78. P. 024408
4. Chmaissem O., Zheng H., Hug A. et al. // J. Solid State. Chem. 2008. V. 181. P. 664
5. Подберезская Н.В., Козеева Л.П., Каменева М.Ю. и др. // Кристаллография. 2011. Т.56, №3. С. 459
6. Н.В. Подберезская, А.И. Смоленцев, Л.П. Козеева . и др. Кристаллография. 2013. Т.58, №4. в печати
7. А. В. Алексеев, М. Ю. Каменева, Л. П. Козеева . и др. Известия РАН. Серия физическая, 2013, том 77, № 2, в печ

## СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ НРНТ КРИСТАЛЛОВ И CVD ПЛЁНОК АЛМАЗА

**И.А. Прохоров<sup>1</sup>, В.Г. Ральченко<sup>2</sup>, А.П. Больщаков<sup>2</sup>, А.В. Польский<sup>2</sup>,**  
**Т.С. Аргунова<sup>3</sup>, К.М. Подурец<sup>4</sup>, И.А. Субботин<sup>4</sup>**

<sup>1</sup> Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук  
НИЦ “Космическое материаловедение”, ул. Академическая, 8, 248640 Калуга, Россия

<sup>2</sup> ФГБУН Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, ул. Вавилова, 38, 119991 Москва, Россия

<sup>3</sup> ФГБУН Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН,  
ул. Политехническая, 26, 194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>4</sup> Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, пл. Академика Курчатова, 1,  
123182 Москва, Россия  
igor.prokhorov@mail.ru

Монокристаллы синтетического алмаза благодаря комплексу уникальных характеристик этого материала: высокая твёрдость, химическая и радиационная стойкость, малый коэффициент теплового расширения и высокая теплопроводность (особенно изотопно-чистых кристаллов), и т.д., находят всё более широкое применение в различных областях науки и техники. В частности, монокристаллы алмаза рассматриваются как перспективные для использования в качестве кристаллов монохроматоров и оптических элементов для нового поколения синхротронных источников с исключительно высокими потоками излучения [1, 2]. В этом случае предъявляются чрезвычайно высокие требования, как к чистоте, так и структурному совершенству кристаллов. Синтетические кристаллы алмаза типа Па с содержание азота  $< 10^{-3}\%$ , выращиваемые в аппаратах высокого давления (метод НРНТ – high pressure, high temperature), по своим параметрам приближаются к необходимым для использования в качестве рентгенооптических элементов [1]. Однако особенно многообещающими являются кристаллы, получаемые методом осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition – CVD) [3, 4], так как этот ростовой процесс позволяет получать наиболее чистые кристаллы. Однако получение совершенных по структуре CVD кристаллов по-прежнему остаётся проблемой. Для совершенствования технологии получения монокристаллов синтетического алмаза с высокими структурными параметрами необходимо использовать адекватные высокочувствительные методы характеризации реальной структуры кристаллов.

В настоящей работе неразрушающими методами двухкристальной рентгеновской дифрактометрии, топографии и фазового контраста в полихроматическом синхротронном излучении (СИ) исследованы структурные особенности монокристаллов синтетического алмаза, полученных методом НРНТ, эпитаксиальных двухслойных структур CVD/НРНТ и эпитаксиальных CVD пластин, отделённых от НРНТ подложки.

Показана высокая эффективность использованных экспериментальных методов для изучения реальной структуры кристаллов алмаза.

**Методика эксперимента.** В качестве подложек для осаждения CVD слоев использовали пластины с линейными размерами от  $3 \times 3 \text{ мм}^2$  до  $5 \times 5 \text{ мм}^2$  и толщиной (0.5 – 0.9) мм, изготовленные из монокристаллов НРНТ алмаза типа Ib. Из-за присутствия примеси азота в состоянии замещения кристаллы имели желтый оттенок. Монокристаллические пленки CVD алмаза получены на специализированном реакторе ARDIS-100 осаждением на грани {001} НРНТ подложек в плазме СВЧ разряда (частота 2.45 ГГц) в смесях метан-водород [4]. Скорость роста составляла около 9 мкм/час. Все образцы были отполированы с двух сторон до финишной шероховатости поверхности  $R_a = (0.8 - 7)$  нм.

Исследования методами двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и плосковолновой топографии на отражение проводили на двухкристальном рентгеновском дифрактометре в CuK $\alpha_1$  излучении. Известно, что эффективность указанных методов существенно возрастает при использовании бездисперсионной (n, -n) установки кристаллов. Однако высокая твердость алмаза затрудняет изготовление из этого материала прецизионно ориентированных сильно асимметричных кристаллов-монохроматоров. Кроме того, кристаллы алмаза по структурному совершенству, как правило, пока уступают элементарным полупроводникам Ge и Si. В этой связи в настоящей работе для расширения пучка и формирования почти плоской волны использовали сильно асимметричное отражение 511 от монохроматора из высокосовершенного бездислокационного герmania марки ГДГ-3 (угол Брэгга  $\theta \sim 45.0^\circ$ , фактор асимметрии отражения  $b = 0.01$ , расходимость пучка после монохроматора составляет  $\sim 0.5''$ ). Исследования пластин алмаза проводили в отражении 113 (угол Брэгга  $\theta \sim 46.0^\circ$ ), хорошо соглашающимся по межплоскостному расстоянию с отражением 511 от герmania. Применение сильно

асимметричной дифракции на кристаллескохроматоре позволило свести к минимуму влияние эффекта свертки. Использованный метод позволяет с высокой чувствительностью выявлять структурные дефекты в приповерхностной области кристаллов алмаза толщиной несколько десятков микрон. Топографические исследования проводили в широком пучке с использованием щели шириной ~ 0.5 см. При дифрактометрических исследованиях использовали одинарную щель. Измерения с использованием двойной щели [5] позволяли определять радиус кривизны пластин.

Топографические исследования на просвет с выявлением особенностей распределения дефектов в объёме кристаллов проводили в белом пучке СИ станции «МЕДИАНА» Курчатовского источника синхротронного излучения.

Фазово-контрастные изображения получали в полихроматическом когерентном излучении источника СИ Pohang Light Source (г. Поханг, Корея). На станции 6D размер источника был 50 мкм (V) и 160 мкм (H), и расстояние источник-образец составляло 32 м [6]. Поверхность образцов исследовалась сканирующей электронной микроскопией (SEM).

**Структурные особенности кристаллов НРНТ алмаза.** На Рис. 1 приведена топограмма сильно дефектного кристалла алмаза группы Ib, полученная методом двухкристальной плосковолновой рентгеновской топографии в отражении 113. Полуширина кривой качания асимметричного отражения 113 в топографическом режиме с полным омыванием образца пучком составила  $\Delta\omega_{1/2} = 4.9''$ , пиковое отражение  $R \sim 0.73$ .

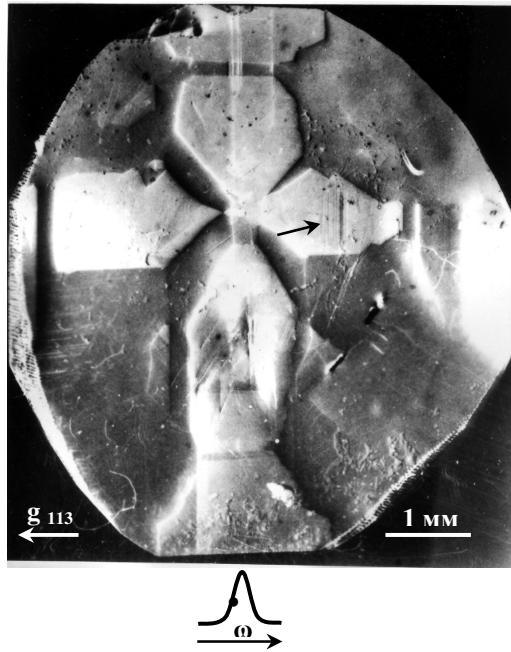


Рис. 1. Двухкристальная рентгеновская топограмма НРНТ кристалла алмаза ориентации (001),  $\text{CuK}_{\alpha 1}$  излучение, отражение 113.

На топограмме выявляется ярко выраженная макроинодородность распределения периода

кристаллической решётки по площади пластины, обусловленная неоднородностью распределения примесей (преимущественно азота) в различных секторах роста кристалла. Конtrast изображения (с учётом обращения контраста при фотопечати) соответствует увеличению периода кристаллической решётки в этих областях кристалла (крестообразная фигура) и, соответственно, увеличению содержания азота [7]. В областях с повышенным содержанием азота, как правило, наблюдается формирование микросегрегационных примесных полос роста (показаны стрелкой на Рис. 1). Это свидетельствует о периодических изменениях условий роста на фронте кристаллизации, приводящих к неравномерному вхождению примеси.

Кроме того, выявляются дислокации, дефекты упаковки, границы между секторами роста, следы механических повреждений и некогерентных (без полей деформации) включений второй фазы.

На топограммах, полученных на просвет в белом пучке СИ, выявляются дислокации, дефекты упаковки и другие неоднородности структуры и состава в объёме кристалла.

В наиболее совершенных НРНТ кристаллах алмаза наблюдались лишь единичные дислокации, что свидетельствует о достаточно высокой степени структурного совершенства кристаллов и позволяет использовать их в качестве подложек для получения совершенных эпитаксиальных CVD плёнок.

#### Эпитаксиальные структуры CVD/НРНТ.

Методами двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и плосковолновой топографии изучены структурные особенности автоэпитаксиальной структуры алмаза CVD/НРНТ с толщиной плёнки 620 мкм, толщиной подложки 560 мкм и ориентацией подложки (001). По результатам исследований поперечного среза (110) в асимметричном отражении 113 с использованием двух геометрий дифракции [8] с углами падения излучения на образец  $\omega_A = \theta + \varphi$  и  $\omega_B = \theta - \varphi$ , ( $\theta$  – угол Брэгга,  $\varphi$  – угол выхода отражающих плоскостей к поверхности образца) установлено:

- период кристаллической решётки CVD плёнки меньше, чем НРНТ подложки;
- разность брэгговых углов отражений от подложки и плёнки составляет  $\Delta\theta = 10.4''$ , относительное изменение межплоскостного расстояния  $\Delta d/d = 4.8 \cdot 10^{-5}$ ;
- взаимная разориентация отражающих плоскостей, обусловленная тетрагональными искажениями кристаллической решётки,  $\Delta\varphi = 1.36''$ .

Поскольку в данном случае разориентация отражающих плоскостей мала (порядка секунды) и, следовательно, тетрагональные искажения решётки, практически, отсутствуют, то видимо прошла почти полная релаксация напряжений. Изображения дислокаций в CVD слое можно видеть на топограмме (Рис. 2). Дислокации зарождаются на интерфейсе пленка-подложка. Изображения отдельных дислокаций не разрешаются на топограмме, что позволяет оценить нижний пре-

дел их плотности как  $10^6 \text{ см}^{-2}$ . Поэтому, измеренное значение относительного изменения межплоскостных расстояний, по-видимому, близко к несоответствию периодов кристаллических решёток подложки и плёнки.

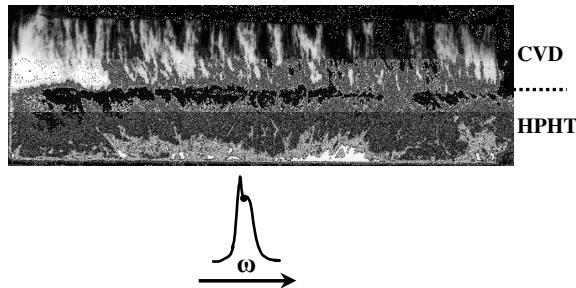


Рис. 2. Двухкристальная рентгеновская топограмма поперечного (110) среза автоэпигаксиальной структуры алмаза CVD / НРНТ (001). CuK<sub>α1</sub> излучение, отражение 113, ω<sub>B</sub> геометрия дифракции. Точкой отмечено угловое положение образца в процессе экспозиции.

Используя зависимость между периодом решётки алмаза и концентрацией азота,  $\Delta a/a = (0.12 \pm 0.013) \cdot C_N$  [9], где  $C_N$  выражена в ppm, находим  $C_N \sim 400 \text{ ppm} (7 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3})$ . Концентрация азота, определенная для образцов НРНТ подложек по методике [10] из интенсивности спектральной линии УФ поглощения вблизи длины волны 270 нм, оказалась близка к этой величине.

Для величины несоответствия  $\Delta a/a \sim 4.8 \cdot 10^{-5}$ , определённой нами экспериментально, критическая толщина псевдоморфной плёнки, рассчитанная по уравнению Мэттьюза [11], составляет 4.1 мкм. Поскольку толщина выращенной CVD плёнки алмаза (620 мкм) существенно превышает критическое значение, то возможно весьма активное протекание релаксационных процессов с повышением плотности дислокаций. Наряду с развитым рельефом поверхности (Рис. 3), выявленным растровой электронной микроскопией и методом фазового контраста с использованием белого пучка СИ, эти процессы приводят к значительному ухудшению реальной структуры плёнок.

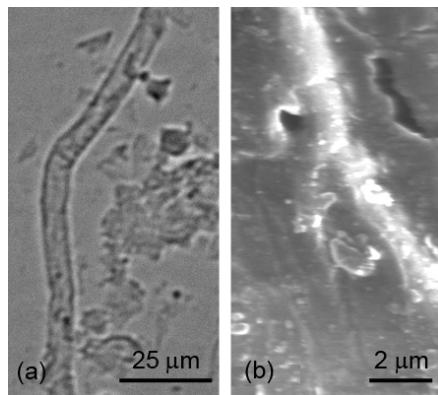


Рис. 3. (a) Фазово-контрастное изображение поверхности CVD пленки. (b) SEM изображение участка ленто-образного дефекта на изображении (a).

Проведённые нами рентгенодифракционные исследования CVD плёнок высокого оптического качества (прозрачных, бесцветных), отделённых от подложек, выявили развитую дислокационную структуру образцов, сформировавшуюся в процессе их получения (Рис. 4). Кроме того, следует отметить значительный изгиб (радиус кривизны  $R \sim 4 \text{ м}$ ) ряда исследованных пластин, обусловленный, очевидно, интенсивной неоднородной по толщине пластической деформацией плёнок. Полуширина кривой качания для изогнутых плёнок достигала  $\Delta\omega_{1/2} \sim 255''$ , а плотность дислокаций превышала  $10^6 \text{ см}^{-2}$ .

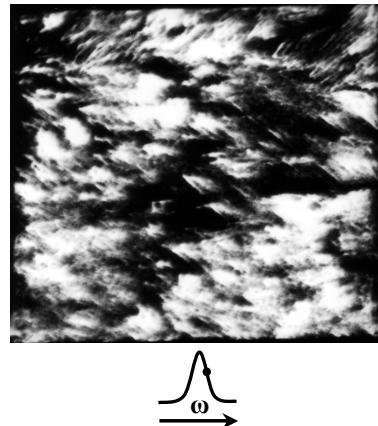


Рис. 4. Двухкристальная рентгеновская топограмма алмазной CVD пластины ориентации (001), CuK<sub>α1</sub> излучение, отражение 113, ω<sub>B</sub> геометрия дифракции. Концентрация азота составляет 15 ppb, полуширина кривой качания  $\Delta\omega_{1/2} = 8''$ , кривизна  $1/R \sim 0$ .

В наиболее совершенных плёнках изгиб отсутствовал, плотность дислокаций составляла  $N_D \sim 5 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$ ,  $\Delta\omega_{1/2} = 4.9''$ , что близко к значениям полуширины для НРНТ кристаллов.

- [1] Shvyd'ko Yu., Stoupin S., Blank V., Terentyev S., Nature Photonics, **5**, 539 (2011).
- [2] Van Vaerenbergh P., Detlefs C., Hartwig J., et al, 10<sup>th</sup> Int. Conf. Rad. Instrum., AIP Conf. Proc., **1234**, 229 (2010).
- [3] Muchnikov A.B., Vkharev A.L., Gorbachev A.M., et al, Diamond Relat. Mater., **19**, 432 (2010).
- [4] Большаков А.П., Ральченко В.Г., Польский А.В., и др., Прикладная физика, **6**, 104 (2011).
- [5] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., №2, 106 (1999).
- [6] Аргунова Т.С., Забродский А.Г., Сорокин Л.М., и др., Кристаллография, 56, №5, 868 (2011).
- [7] Lang A.R., Moore M., Makepeace A.P. et al, Philos. Trans. R. Cos. London Ser. A, **337**, 497 (1991).
- [8] Bartels W.J., Nijman W., J. Cryst. Growth, **44**, 518 (1978).
- [9] Burns R.C., Chumakov A.I., Connell S.H. et al, J. Phys.: Condens. Matter, **21**, 364224 (2009).
- [10] Nistor S.V., Stefan M., Ralchenko V. et al, J. Appl. Phys., **87**, 8741 (2000).
- [11] Matthews J.W., Mader S., Light T.B., J. Appl. Phys., **41**, 3800 (1970).

# Дифракция рентгеновских лучей на кристалле с волнистой поверхностью

В.И. Пунегов

Коми Научный Центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Россия

Поверхностные решетки (ПР) широко используются в рентгеновской оптике [1], нано- и оптоэлектронике [2]. Дифракция рентгеновского (синхротронного) излучения остается эффективным неразрушающим методом исследования ПР. Первые экспериментальные работы по исследованию поверхностного рельефа кристаллического кремния с периодом от 10 до 20 мкм были проведены Аристовым и др. [3,4] с применением трехкристального дифрактометра. Несколько позже методом двухкристальной дифрактометрии исследованы периодические рельефы поверхности полупроводников InP [5] и GaAs [6] с наномасштабным периодом. Поверхность InP имела волнистый рельеф и помимо основного дифракционного пика были хорошо видны лишь первые сателлиты [5]. В работе [6] профили штрихов рельефа имели прямоугольную и треугольную форму. Теория рентгеновской дифракции на периодическом рельефе в рамках двухкристальной дифрактометрии рассмотрена в [7]. Исследование структурных характеристик многослойного рельефа проведено в [2] методом трехкристальной дифрактометрии. Настоящая работа посвящена разработке теории дифракции рентгеновских лучей на кристалле с синусоидальным поверхностным рельефом.

Пусть на совершенный полубесконечный кристалл падает однородный рентгеновский пучок, ширина проекции которого на поверхности кристалла равна  $L_x$ .

Амплитудный коэффициент отражения (АКО) от такого кристалла имеет вид:

$$R_s(q_x, q_z) = R_\infty(q_z)W(q_x), \quad (1)$$

где

$$R_\infty(q_z) = \begin{cases} \frac{a_h}{\xi^{(0)}}, & \text{if } \operatorname{Im}(\xi^{(0)}) < 0, \\ \xi_1, & \\ \frac{a_h}{\xi^{(0)}}, & \text{if } \operatorname{Im}(\xi^{(0)}) > 0, \\ \xi_2, & \end{cases}$$

$$W(q_x) = \int_{-L_x/2}^{L_x/2} dx \exp(iq_x x),$$

коэффициенты  $\xi^{(0)}$  и  $\xi_{1,2}^{(0)}$  зависят от характеристик рентгеновского излучения и материала подложки:  $\xi_{1,2}^{(0)} = (-q_z^{(0)} \pm \xi^{(0)})/2$ ,  $q_z^{(0)} = 2a_0 + \epsilon_0 h + q_z$ ,  $\xi^{(0)} = \sqrt{(q_z^{(0)})^2 - 4a_h a_{-h} (f^{(0)})^2}$ . В наших обозначениях  $a_0 = \pi \chi_0 / (\lambda \gamma_0)$ ,  $a_{h,-h} = C \pi \chi_{h,-h} / (\lambda \gamma_{h,0})$ . Здесь  $\epsilon_0 = 0$ , то есть в рамках рассматриваемой теории деформации в кристаллической решетке отсутствуют.

Обозначим  $R_G(q_x, q_z)$  как амплитудный коэффициент кинематического отражения от слоя толщиной  $l$ , лежащего на полубесконечном кристалле. Тогда АКО от двухслойной кристаллической системы запишется как

$$R_h(q_x, q_z) = R_G(q_x, q_z) + \exp(iq_z l) R_s(q_x, q_z) \quad (2)$$

Предположим, что слой, лежащий на поверхности полубесконечного кристалла, представляет собой в латеральном направлении двумерную периодическую структуру.

Обычно в теоретических расчетах углового распределения интенсивности рассеяния от поверхности решетки используется модель трапециoidalного рельефа (см. [2] и приведенную в этой статье литературу). Однако, в ряде случаев, для интерпретации экспериментальных результатов берется в рассмотрение волнистый или, другими словами, синусоидальный рельеф. Модель поверхности решетки с синусоидальным рельефом служила основой при изучении дифракции света от металлической решетки [8] и рентгеновских лучей от полимерной решетки [9]. Для кристаллического пространства такая модель теоретически не рассматривалась. Теоретическое исследование данной проблемы будет реализовано в рамках двух подходов.

Пусть двумерный периодический рельеф в латеральном направлении описывается уравнением  $\zeta(x) = (l/2)(1 - \sin(kx + \alpha))$ , где  $l$  – высота рельефа,  $k = 2\pi/\Lambda$  – волновое число,  $\Lambda$  – период рельефа и  $\alpha$  – фазовая постоянная решетки. Рассмотрим брэгговское отражение в рамках кинематического приближения. Решение для АКО от такого рельефа в рамках первого подхода можно представить в виде

$$R_G^{(1)}(q_x, q_z) = E_h(q_x, q_z) L_G(q_x) \quad (3)$$

где

$$E_h(q_x, q_z) = ia_h \int_{-\Lambda/2}^{\Lambda/2} dx \int_0^{\zeta(x)} dz \exp(i(q_x x + q_z z)) \quad (4)$$

амплитуда отражения от отдельного элемента (штриха) решетки, ограниченного в латеральном направлении размерами одного периода. Заметим, что в зависимости от фазовой постоянной решетки  $\alpha$  или пределов интегрирования по оси  $x$  на отрезке длиной  $\Lambda$ , мы гипотетически можем выбрать произвольную форму штриха. Однако в реальной ситуации все штрихи должны отделяться друг от друга симметричной по форме канавкой. Второй сомножитель в (3)

$$L_G(q_x) = \sum_{n=-N/2}^{N/2} \exp(iq_x \Lambda n) \quad (5)$$

- интерференционная функция поверхностной решетки, где  $N$  – число периодов (штрихов) решетки.

Для принятой модели аналитическое решение рентгеновской дифракции от отдельного штриха решетки имеет вид

$$E_h(q_x, q_z) = \frac{a_h \Lambda}{q_z} [\exp(Z) \cdot \Omega(q_x, q_z, \alpha) - \text{sinc}(\pi\nu)] \quad (6)$$

где  $\text{sinc}(x) = \sin(x)/x$ . В соотношении (6) присутствует функция

$$\Omega(q_x, q_z, \alpha) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} d\varphi \exp[i(\nu\varphi - Z \cdot \sin(\varphi + \alpha))], \quad (7)$$

зависящая от угловых параметров  $q_{x,z}$  и записанная через безразмерные параметры  $\varphi = \kappa x$ ,  $\nu = q_x / \kappa = q_x \Lambda / 2\pi$  и  $Z = q_z l / 2$ .

Поскольку в формуле (6) присутствует множитель  $1/q_z$ , который приводит к появлению устранимой особой точки при значении  $q_z = 0$ , необходимо найти решение для амплитуды  $E_h(q_x, 0)$ . Выполнив интегрирование (4) при  $q_z = 0$ , получаем

$$E_h(q_x, 0) = \frac{ia_h l \Lambda}{2} \left[ \text{sind}(\pi\nu) + \frac{1}{2i} \begin{pmatrix} e^{i\alpha} \frac{\sin(\pi(\nu+1))}{\pi(\nu+1)} \\ -e^{-i\alpha} \frac{\sin(\pi(\nu-1))}{\pi(\nu-1)} \end{pmatrix} \right]. \quad (8)$$

В случае, когда фазовый параметр  $\alpha=0$ , функция (7) переходит в функцию Ангера  $J_\nu(Z)$  [10].

Выражение для интерференционной функции поверхностной решетки (5) может быть представлено в виде

$$L_G(q_x) = \frac{\sin(\pi\nu N)}{\sin(\pi\nu)} \quad (9)$$

Аналитические решения рентгеновской дифракции от синусоидальной поверхностной решетки (6) и (8) получены для произвольного значения фазовой постоянной  $\alpha$ . Как правило, применение современных технологий позволяет создавать решетки с  $\alpha = -\pi/2$ , в соответствии с этим двумерный периодический рельеф в латеральном направлении будет описываться уравнением  $\zeta(x) = (l/2)[1 + \cos(\kappa x)]$ , при  $x=0$  эта функция равна высоте штриха. Для такой модели решетки АКО запишется как

$$R_G^{(I)}(q_x, q_z) = L_G \times \begin{cases} \frac{ia_h l \Lambda}{2} \cdot \begin{pmatrix} \text{sinc}(\pi\nu) - \\ \frac{1}{2} \left( \text{sinc}(\pi(\nu+1)) + \text{sinc}(\pi(\nu-1)) \right) \end{pmatrix}, & q_z = 0 \\ \frac{a_h \Lambda}{q_z} \left[ \exp(iZ) \cdot \Omega(q_x, q_z, -\frac{\pi}{2}) - \text{sinc}(\pi\nu) \right], & q_z \neq 0 \end{cases} \quad (10)$$

Существует другой подход к решению задачи рентгеновской дифракции от синусоидальной решетки. Этот подход основан на использовании метода разложения Якоби-Ангера по функциям Бесселя. Пусть  $L = \Lambda N$  – область засветки рентгеновским пучком синусоидальной поверхностной решетки. В этом случае, в отличие от (3), выражение для амплитуды дифракционной волны  $R_G^{(2)}(q_x, q_z)$  запишем в виде

$$R_G^{(2)}(q_x, q_z) = ia_h \int_{-L/2}^{L/2} dx \exp(iq_x x) \int_0^{\zeta(x)} dz \exp(iq_z z) \quad (11)$$

Здесь мы не разбиваем наше решение на части, отвечающие за отражение от единичного штриха и интерференционное суммирование от всех штрихов поверхностной решетки. Такое рассмотрение дифракционной задачи не снимает проблему появления устранимой особой точки в выражении для коэффициента отражения при значении  $q_z = 0$ . В этом случае получаем

$$R_G^{(2)}(q_x, 0) = \frac{ial L}{2} \left[ i \left( \begin{array}{c} \text{sinc}(\pi N \nu) + \\ \frac{1}{2} \left( \exp(i\alpha) \text{sinc}[\pi(\nu+1)N] - \exp(-i\alpha) \text{sinc}[\pi(\nu-1)N] \right) \end{array} \right) \right]. \quad (12)$$

Из этого решения следует, что для углового положения  $q_z = 0$ , помимо основного дифракционного пика ( $\nu = q_x = 0$ ) возникает еще два дифракционных максимума (сателлита). Эти максимумы формируются при значениях  $\nu = \pm 1$ , что соответствует угловым положениям  $q_x = \pm \kappa$ . Другие латеральные сателлиты для синусоидальной формы штриха при  $q_z = 0$  отсутствуют.

В процедуре вычисления АКО от поверхностной решетки в интервале угловых значений  $q_z \neq 0$  используем метод Якоби-Ангера для разложения экспоненциального множителя по функциям Бесселя:

$$\exp[-i[Z \sin(\kappa x + \alpha)]] = \sum_{n=-\infty}^{\infty} J_n(Z) \exp[-i[\kappa x + \alpha]n].$$

В итоге получаем

$$R_G^{(2)}(q_x, q_z) = \frac{a_h L}{q_z} \times \left[ \left( \sum_{n=-\infty}^{\infty} J_n(Z) \exp(i(Z - n\alpha) \text{sinc}[\pi(\nu - n)N]) \right) - \text{sinc}(\pi\nu N) \right], \quad (13)$$

где  $J_n(Z)$  – функции Бесселя  $n$ -го порядка.

Сравнительный анализ выражений для АКО (10) и (13), полученных в рамках двух подходов для случая  $q_z = 0$ , показывает, что задача рентгеновской дифракции на синусоидальной решетке может быть описана двумя способами, при

этом эти решения для  $q_z = 0$  в точности совпадают. Однако для значений  $q_z \neq 0$  по своей структуре формулы отличаются.

Проведем численное моделирование рентгеновской дифракции от синусоидальной поверхностной решетки в рамках двух рассмотренных подходов. Сначала рассмотрим кинематическую дифракцию на поверхностной решетке без учета полубесконечной подложки. Пусть синусоидальный рельеф имеет высоту  $l = 400\text{nm}$ , его период равен  $\Lambda = 600\text{nm}$ , число засвеченных рентгеновским пучком периодов составляет  $N = 100$ , тогда латеральная проекция падающего рентгеновского пучка на поверхность решетки  $L = \Lambda \times N = 60\text{\mu m}$ . Исследуем (004) отражение  $CuK_{\alpha 1}$ - излучения от кристалла GaAs с волнистым рельефом поверхности.

На рис.1 показана карта распределения интенсивности рассеяния от полубесконечного кристалла GaAs с синусоидальной поверхностной решеткой.

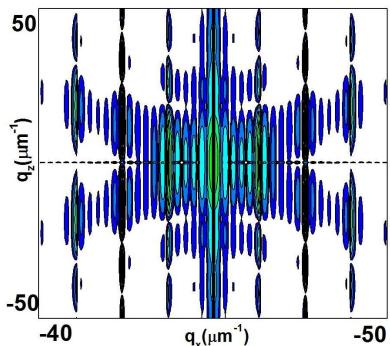


Рис. 1. Расчетная карта распределения интенсивности рассеяния от полубесконечного кристалла GaAs с синусоидальной поверхностной решеткой

Дифракционные порядки, возникающие из-за периодического поверхностного рельефа, формируются не вдоль латерального направления, а по определенной топологической линии. Направление этой линии связано с профилем поверхностного рельефа.

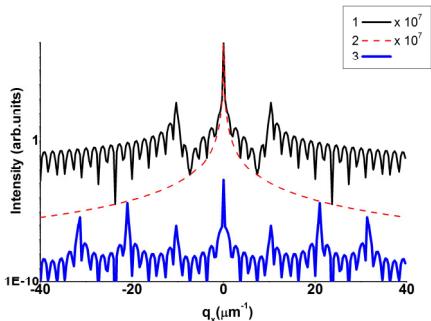


Рис. 2. Кривые качания ( $Q_x$  - сканы) от кристалла с гладкой (2) и гофрированной поверхностью (1,3).

На рис.2 показаны  $Q_x$  - сканы от кристалла GaAs при наличии и отсутствии поверхностной

решетки при значении  $q_z = 0$  (кривые 1 и 2 соответственно, для наглядности, интенсивности умножены  $10^7$ ). В нижней части рисунка приведена кривая при значении  $q_z = 17\text{\mu m}^{-1}$ , пронумерованная числом 3. Как и установлено анализом решений, для  $q_z = 0$  формируются только первые дифракционные порядки, в то время как при другом угловом положении ясно вырисовываются контуры всех латеральных сателлитов (рис.2, кривая 3).

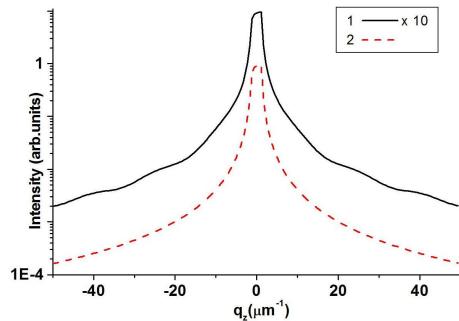


Рис. 3. Кривые дифракционного отражения ( $q_z$  - сканы) от кристалла с волнистой (1) и гладкой (2) поверхностью.

Рис. 3 демонстрирует кривые дифракционного отражения ( $q_z$  - сканы) от кристалла с волнистым рельефом (кривая 1, для наглядности интенсивность умножена на 10) и в отсутствие поверхности решетки. Наличие рельефа формирует слабые осцилляции на хвостах «столика Дарвина».

Таким образом, установлено, что рентгеновская дифракция на синусоидальной решетке сопровождается формированием латеральных сателлитов, при этом для случая  $q_z = 0$ , помимо основного максимума возникают только пики первых дифракционных порядков.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

1. Bac S. et al, Opt. Commun. 144, 28 (1997).
2. Baumbach T. et al, J. Appl. Phys. 87, 3744 (2000).
3. Aristov V.V. et al, Opt. Commun. 58, 300 (1986).
4. Aristov V.V. et al, Phys. Stat. Sol. A95, 81 (1986).
5. Macrander T., Slusky S. E. G., Appl. Phys. Lett. 56, 443 (1990)
6. Tapfer L., Grambow P., Appl. Phys. A: Solids Surf. 50, 3 (1990)
7. De Caro L. et al, Appl.Phys.lett. 64, 34 (1994).
8. Marx E. et al, Appl. Opt. 39, 4473 (2000).
9. Geue T. et al, Cryst. Res. Technol. 37, 770 (2002).
10. Watson G.N. *A Treatise on the Theory of Bessel Functions*. 1944. Cambridge. 799 p.

# Рассеяние рентгеновских лучей от структур с вертикально совмещенными включениями

В.И. Пунегов

Коми Научный Центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Россия

Упорядоченность квантовых точек (КТ) в полупроводниковых структурах играет важную роль в явлении туннелирования носителей заряда в квантовой среде. Системы с вертикально совмещенными КТ можно рассматривать в качестве базовых элементов для инжекционных гетеролазеров, солнечных элементов, транзисторов, квантовых компьютеров и т.д. [1]. Перспективным методом исследования пространственного распределения КТ в полупроводниковой матрице является высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия [2]. Несмотря на то, что данный метод является неразрушающим, высокочувствительным, бесконтактным и экспрессным, позволяет исследовать структурные характеристики всего образца, а не отдельных его участков, однако используется реже, чем, например, электронная микроскопия [3]. Связано это с тем, что дифракция рентгеновских лучей относится к числу не прямых методов, требующих развития теории и проведения численного моделирования. Кроме того, следует учитывать все факторы, влияющие на угловое распределение интенсивности рассеяния рентгеновских лучей от наноструктурированных сред.

Настоящая работа посвящена теоретическому исследованию диффузного рассеяния рентгеновских лучей от сверхрешеток (СР) с вертикально совмещенными КТ для количественного анализа структурных характеристик полупроводниковых гетеросистем.

При наличии пространственной корреляции КТ в сверхрешетке выражение для интенсивности диффузного рассеяния имеет вид

$$I_b^d(\mathbf{q}) = |a_h|^2 (1 - f^2) V_0 T(\mathbf{q}), \quad (1)$$

где  $V_0$  – засвеченный рентгеновским пучком объем кристалла,  $\mathbf{q}$  - угловая координата в обратном пространстве,  $f$  и  $a_h$  - усредненные значения статического фактора Дебая-Валлера и рассеивающей способности СР. За угловое распределение интенсивности диффузного рассеяния отвечает корреляционный объем

$$T(\mathbf{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho G(\rho) \exp(i\mathbf{q}\rho), \quad (2)$$

где  $G(\rho)$  - обобщенная корреляционная функция. Отметим, что пространственная корреляция КТ может быть описана моделями дальнего или ближнего порядка. В случае дальнего порядка имеет место жесткая фиксация равновесных положений всех КТ, при этом эти равновесные положения имеют строгий трансляционный порядок. Для ближнего порядка значение имеет закон распределения ближайших соседей, при этом отсутствует строгая периодическая фиксация всех со-

дей. Обобщенная корреляционная функция может быть представлена в виде свертки функции пространственного распределения КТ  $W(\rho)$  и их собственной корреляционной функции  $g(\rho)$ :

$$G(\rho) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho' W(\rho') g(\rho' + \rho). \quad (3)$$

В рассматриваемом случае трансляционные нарушения вызваны присутствием КТ в кристаллической матрице. Поведение собственной корреляционной функции определяется формой, размерами КТ, а также распределением упругих деформаций вокруг внедренных в кристаллическую матрицу наноструктур.

В сверхрешетке расположение квантовых точек в вертикальном направлении вдоль оси  $z$  имеет строго выраженный дальний порядок, связанный с периодическим чередованием слоев разного химического состава. В латеральном направлении самоорганизованные КТ в большинстве случаев создают ближний порядок, который можно описать паракристаллической моделью [4]. Функция пространственного распределения квантовых точек  $W(\rho)$  может быть записана в виде произведения

$$W(\rho) = W_L(\rho_x, \rho_y) W_V(\rho_z), \quad (5)$$

где  $W_L(\rho_x, \rho_y)$  описывает латеральное и  $W_V(\rho_z)$  - вертикальное распределение КТ. Поскольку функция  $W_L(\rho_x, \rho_y)$  детально исследована в [4], латеральное распределение КТ оставим вне рамок данной работы и для простоты примем  $W_L(\rho_x, \rho_y) \equiv 1$ .

Рассмотрим более детально вертикальную корреляционную функцию  $W_V(\rho_z)$ . Пусть функция  $w(z)$  задает вероятность расположения наночастицы в точке  $z$ , тогда положение другой частицы в точке  $z'$ , сдвинутой строго в вертикальном направлении на расстояние  $\rho_z = z - z'$ , описывается функцией  $w(z')$ . Тогда по определению [5], вертикальная корреляционная функция может быть представлена в виде свертки

$$W_V(\rho_z) = \int_{-\infty}^{+\infty} dz' w(z') w(z' + \rho_z). \quad (6)$$

Обычно вертикальное совмещение (стекирование) КТ формируются в условиях заданной ростовой технологии и зависит от многих параметров, в частности, от распределения упругих деформаций, толщин смачивающего и разделяющего (спейсера) слоев, их композиционного состава, температуры роста т.д. В результате последова-

тельного осаждения смачивающих и разделяющих слоев формируется СР с массивом квантовых точек, имеющих трансляционную упорядоченность в вертикальном направлении. Трансляционный период соответствует периоду сверхрешеточной модуляции композиционного состава. Поэтому,  $w(z)$ , описывающая стекирование КТ, является периодической функцией и  $w(z) = w(z + l_{SL})$ . Пусть  $l_v$  – вертикальное расстояние по толщине СР, на котором КТ выстроены в колонку строго друг над другом. Назовем это расстояние толщиной стекирования КТ. С другой стороны, это расстояние  $l_v$  может быть определено как вертикальная длина корреляции.

С учетом вышесказанного, корреляционный объем (2), отвечающий за угловое распределение диффузного рассеяния от гетероструктур с КТ может быть записан в виде произведения

$$T(\mathbf{q}) = \tau(\mathbf{q}) F_V(q_z), \quad (7)$$

где  $\tau(\mathbf{q})$  - собственный корреляционный объем, зависящий от формы, размеров и упругих деформаций КТ [6]. Влияние вертикального совмещения КТ на распределение диффузного рассеяния описывается интерференционным структурным фактором

$$F_V(q_z) = \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_z \exp(iq_z \rho_z) W_V(\rho_z).$$

Подставив (6) в выражение (9), для интерференционного структурного фактора вдоль вертикального направления  $z$  получаем

$$F_V(q_z, l_v) = \left| \frac{1}{2l_v} \int_{-l_v}^{l_v} dz w(z) \exp(iq_z z) \right|^2. \quad (8)$$

За пределами толщины стекирования корреляционные эффекты отсутствуют, поэтому  $F_V(q_z) \equiv 1$ . Если в СР нет вертикально совмещенных КТ, то есть корреляционная длина  $l_v$  меньше периода СР

$l_{SL}$ , интерференционный фактор в вертикальном направлении всегда принимает значение 1. Это означает, что в спектре углового распределения интенсивности будут отсутствовать сверхструктурные порядки диффузного рассеяния (ателлиты). Форма изодиффузных линий в этом случае зависит только от усредненных структурных характеристик случайно распределенных вдоль оси  $z$  квантовых точек и описывается их собственным корреляционным объемом. Поскольку  $w(z)$  является периодической функцией, ее можно рассматривать в рамках модели дальнего порядка и записать в виде ряда Фурье

$$w(z) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} B_n \exp(-inK_{SL}z), \quad (9)$$

где  $K_{SL} = 2\pi/l_{SL}$  - период модуляции сверхрешетки в обратном пространстве (расстояние между дифракционными ателлитами). Фурье-коэффициенты в (9) равны

$$B_n = \frac{1}{l_{SL}} \int_{-l_{SL}/2}^{l_{SL}/2} w(z) \exp(inK_{SL}z) dz. \quad (10)$$

Подставляя (10) в (8), получаем

$$F_V(q_z, l_v) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \left| B_n \frac{\sin([q_z - nK_{SL}]l_v)}{[q_z - nK_{SL}]l_v} \right|^2 \quad (11)$$

Интерференционный фактор стекированных КТ в виде (11) имеет прозрачный физический смысл. Сверхструктурные максимумы диффузного рассеяния от СР с вертикально совмещенными КТ формируются в близи узла обратной решетки при значениях  $q_z^{SL} = 2\pi n/l_{SL}$ , где  $n = 0, \pm 1, \dots$  указывает на порядковый номер диффузного ателлита. Интенсивности диффузных максимумов определяются Фурье-коэффициентами  $B_n$ . Согласно (10), значения этих коэффициентов зависят от статистического распределения центров квантовых точек. Из-за разного размера КТ эти центры могут смещаться относительно гетерограницы между смачивающим слоем и спейсером. Ширины диффузных ателлитов в обратном пространстве вдоль вертикального направления зависят от корреляционной длины  $l_v$ . Поскольку в СР с самоорганизованными КТ толщины стекирования соседних вертикальных колонок из КТ могут отличаться, то для описания диффузного рассеяния необходимо ввести статистически усредненную корреляционную длину  $\bar{l}_v$ , а также соответствующую дисперсию ее вероятностного распределения. Интерференционный фактор стекированных КТ в этом случае может быть записан в виде

$$F_V(q_z, \bar{l}_v) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} |B_n|^2 \Psi(q_z, \bar{l}_v, n), \quad (12)$$

где  $\Psi(q_z, \bar{l}_v, n)$  определяется вероятностной функцией распределения  $p(z, \bar{l}_v)$  корреляционных длин по толщине СР:

$$\Psi(q_z, \bar{l}_v, n) = \int_0^{\infty} \left| \frac{\sin([q_z - nK_{SL}]z)}{[q_z - nK_{SL}]z} \right|^2 p(z, \bar{l}_v) dz. \quad (13)$$

Рассмотрим модель, в рамках которой вертикальная вероятностная функция распределения КТ в промежутке  $(-l_{SL}/2; l_{SL}/2)$  имеет вид

$$w(z) = \exp(-|z|/a). \quad (14)$$

Для этой экспоненциальной функции Фурье-коэффициенты (10) имеют аналитическое решение

$$B_n = \frac{2a/l_{SL}}{1+4\pi^2(a/l_{SL})^2 n^2} (1 - ie^{-l_{SL}/2a} (-1)^n). \quad (15)$$

Численное моделирование углового распределения диффузного рассеяния проведено для двадцатипериодной сверхрешетки InAs QDs-GaAs с КТ эллипсоидальной формы [5]. Период СР равен 20 nm, толщина GaAs спейсера - 15 nm. Средний латеральный радиус КТ равен  $R=12.5$  nm, высота КТ  $l_z=5$  nm. Статистическое усреднение по размерам КТ и по длине корреляции выполнено с использованием логарифмического нормального распределения

ления. Дисперсия разброса КТ по размерам составляла 30% от радиуса и высоты квантовой точки. В расчетах использована формула (14) для описания вертикального распределения КТ, параметр  $a = 3$  нм. На рис.1а представлена карта углового распределения интенсивности диффузного рассеяния в отсутствие вертикальной корреляции. Это выполняется при условии  $\bar{l}_v < l_{SL}$ , то есть в многослойной структуре отсутствуют колонки стекированных КТ. Здесь и на следующих картах контуры равной интенсивности диффузного рассеяния представлены в логарифмическом масштабе, отношение интенсивностей между соседними линиями равно 0.875. Картина диффузного рассеяния на рис. 1а находится в полном соответствии с контурами равной интенсивности от кристалла с хаотически распределенными включениями эллипсоидальной формы. Таким образом, некогерентное рассеяние на сверхрешетке в отсутствии вертикальной корреляции КТ не сопровождается формированием сверхструктурных диффузных сателлитов.

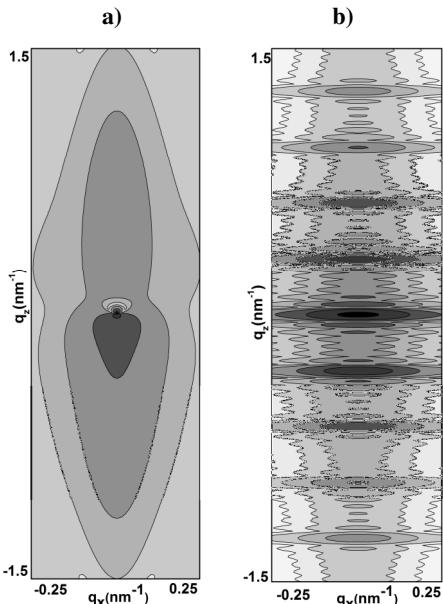


Рис.1. Расчетные карты распределения интенсивности диффузного рассеяния от СР с КТ: а) отсутствие вертикальной корреляции,  $\bar{l}_v < l_{SL}$ ; б) средняя корреляционная длина  $\bar{l}_v = 10l_{SL}$ .

Угловое распределение диффузного рассеяния от СР с одинаковыми КТ и с учетом статистического разброса толщин стекирования  $\bar{l}_v = 10l_{SL}$  и дисперсией  $\sigma_v = \bar{l}_v / 4 = l_{SL}$  демонстрирует рис.1б. Отметим, что полуширина диффузных пиков в вертикальном направлении может быть оценена как  $\Delta q_z \approx 0.444\pi / l_v \approx 0.007 \text{ nm}^{-1}$ .

На рис.2 показано влияние длины корреляции (толщины стекирования) на формирование углового распределения диффузного рассеяния с учетом разброса КТ по размерам. При малой длине корреляции  $\bar{l}_v = 2l_{SL}$  сателлиты диффузных максимумов в вертикальном направлении размыты (рис.2а), полуширина диффузных пиков равна

$\Delta q_z \approx 0.035 \text{ nm}^{-1}$ . С увеличением длины корреляции в десять раз, то есть для случая, когда КТ выстроены в вертикальные колонки по всей толщине сверхрешетки, наблюдается заметное сужение диффузных максимумов, и для  $\bar{l}_v = 20l_{SL}$ , получаем  $\Delta q_z \approx 0.0035 \text{ nm}^{-1}$  (рис. 2б).

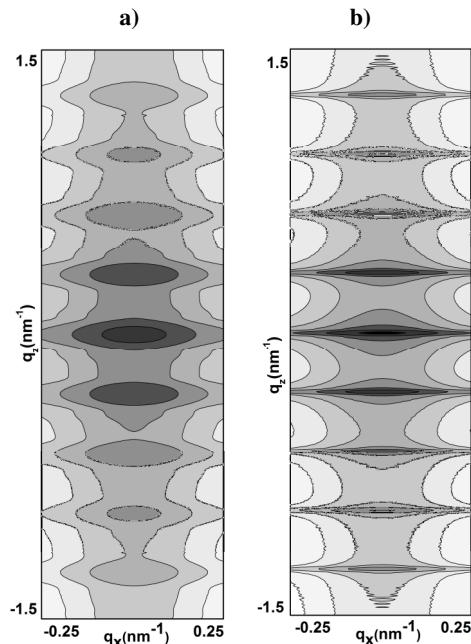


Рис.2. Расчетные карты распределения интенсивности диффузного рассеяния от двадцатипериодной сверхрешетки с разной длиной корреляции КТ (дисперсия стекирования  $\sigma_v = \bar{l}_v / 4$ ): а)  $\bar{l}_v = 2l_{SL}$ ; б)  $\bar{l}_v = 20l_{SL}$ .

Описанная в данной работе модель формирования диффузного рассеяния от сверхрешетки с вертикально совмещенными КТ использована для количественного анализа дифракции рентгеновских лучей на полупроводниковой системе GaAs(001)-AlGaAs-{InAs QDs-GaAs}<sub>x20 SL</sub> ..

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

1. Wang Z. M. (Ed), *Self-Assembled Quantum Dots*, Springer, Berlin, 2008, 463 p.
2. Pietsch U., Holy V., Baumbach T. *High Resolution X-ray Scattering – from Thin Films to Lateral Nanostructures*. New York. Springer-Verlag. 2004. 408 p.
3. Cullis A.G., Hutchison J.L. (Eds.) *Microscopy of Semiconducting Materials / Proceedings of the 14th Conference, April 11–14, 2005, Oxford, UK/Berlin*. Springer. 2005. 538 p.
4. Пунегов В.И. Письма в ЖТФ, **37**(15), 8 (2011)
5. Steward E.G. *Fourier optics: An Introduction*. Chichester: Ellis Horwood Ltd (John Wiley & Sons). 1983. 185p.
6. Пунегов В.И., Сивков Д.В., Кладько В.П./Письма в ЖТФ. **37**(8), 41 (2011)

# Рентгеновская дифрактометрия сильно легированных кремнием слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

В.В. Ратников<sup>1</sup>, Р.Н. Кютт<sup>1</sup>, М.П. Щеглов<sup>1</sup>, Б.Я. Бер<sup>1</sup>, К.С. Журавлев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Политехническая 26, Россия

<sup>2</sup>Институт физики полупроводников им А.В. Ржанова СО РАН,  
630090 Новосибирск, пр Ак Лаврентьева 13, Россия

e-mail : ratnikov@mail.ioffe.ru

Прямозонные полупроводники GaN и AlGaN — удобные материалы для разработки светодиодов и фотодетекторов ультрафиолетового спектрального диапазона, транзисторов с высокой подвижностью электронов, резонансно туннельных диодов. Изменяя содержание Al в твердых растворах AlGaN, можно получать материал с шириной запрещенной зоны от 3,43 до 6,2 эВ, покрывая, таким образом, спектральный диапазон 200—365 нм. В процессе роста AlGaN слоев методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) из аммиака в качестве источника легирования традиционно используется кремний. Примесь кремния, однако, сложным образом воздействует на кинетику роста и свойства выращенных слоев. Для изготовления приборных структур приемлемого качества необходим точный контроль проводимости, состава, напряжений и уровня дефектности слоев GaN и AlGaN.

Большинство работ по изучению легированных кремнием эпитаксиальных слоев выполнено на образцах, полученных методами металлоорганической газофазной эпитаксии с температурами роста выше 1000°C. В данной работе исследуются напряжения и дефекты в образцах  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0, 0.3$  и  $0.6$ ), полученных методом молекулярно пучковой эпитаксии (МПЭ) с использованием силана  $\text{SiH}_4$  в качестве источника Si при легировании слоев.

## Образцы и методы исследования

Эпитаксиальные слои толщиной 1 мкм выращивались с применением аммиака в качестве источника активного азота на подложках (0001) сапфира с использованием буферного слоя, состоящего из слоев AlN и  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N}$  каждый толщиной 200 нм, для образцов GaN:Si и буферного слоя AlN толщиной 200 нм для образцов  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$  и  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.4}\text{N:Si}$ . Температура роста слоев GaN:Si была 830°C, слоев  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$  и  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.4}\text{N:Si}$  - 940 °C. Значения потоков силана для GaN:Si были до 50%, для  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$  и  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.4}\text{N:Si}$

– до 36% от максимально возможного потока силана при росте.

Методами двух (ДКД) – и трехкристальной (ТКД) рентгеновской дифрактометрии исследовалось изменение структурных характеристик и деформационного состояния слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  в зависимости от  $x$  и потока силана  $f_{\text{SiH}_4}$ .

Остаточные напряжения в слоях  $\sigma_a$  рассчитывались из измерений радиуса кривизны  $R$  образцов. Параметры решетки  $a$  и  $c$  измерялись методом трехкристального дифрактометра (ТКД). Дифрагированная интенсивность для  $(2\theta - \omega)$ - и  $\omega$ -мод сканирования также измерялась на ТКД. Анализировалось влияние дислокаций на полную ширину на половине максимума интенсивности (FWHM) для 0002 и 10-15 (screw-геометрия) рефлексов [1].

Концентрация электронов определялась методом Холла. В качестве дополнительного использовался метод вторичной ионной масс спектрометрии (ВИМС) для определения концентрации атомов кремния в слоях.

## Экспериментальные результаты

По рентгеновским измерениям макроизгибы для GaN:Si всех образцов был однородным (сферическим), то есть слои находились под действием биаксиальных латеральных напряжений  $\sigma_a$ .

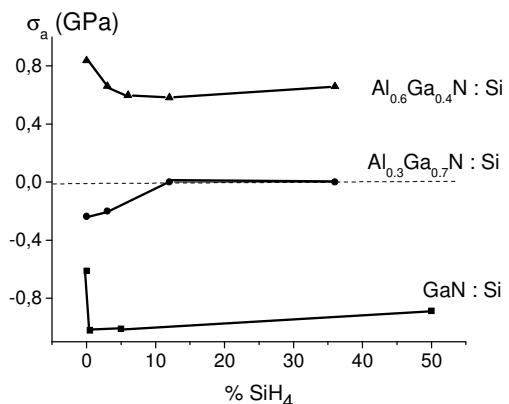


Рис.1 Зависимость напряжений от %Si

На рис.1 видно, что характер напряжений меняется при увеличении потока легирующей примеси и состава твердого раствора  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ . Сжимающие латеральные напряжения  $\sigma_a$  последовательно снижались при возрастании уровня легирования в слоях GaN:Si. Для  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N}$  также наблюдалось снижение сжимающих напряжений при росте потока силана, а при уровнях легирования выше 10% образцы становились плоскими и остаточные макронапряжения в них отсутствовали. Все образцы  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.3}\text{N:Si}$  (в т.ч. нелегированные) были вогнутыми, то есть напряжения в них становились растягивающими (латеральная деформация – положительна).

Так как термодеформация при охлаждении образцов до комнатной температуры имеет компрессионный характер из-за разницы КТР AlGaN и сапфира, а заметной перестройки дефектной (дислокационной) структуры при охлаждении образцов до комнатной температуры не происходит [2], то проведена оценка деформаций при росте. Для всех образцов латеральные деформации при окончании роста и до охлаждения до комнатной температуры были растягивающими, причем их величина росла с увеличением потока  $f_{\text{SiH}_4}$  до  $\varepsilon_a$  (рост) = + 0.0003 и + 0.002 для максимальных уровней легирования в GaN:Si и  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$ , соответственно.

Увеличение растягивающих напряжений при повышении уровня легирования может быть связано как с мелкозернистым (3d-) ростом при возрастающих потоках примеси и развитием растягивающих напряжений в слоях при коалесценции зерен, так и с блокировкой движения (инклинации) дислокаций примесной атмосферой Si вокруг них.

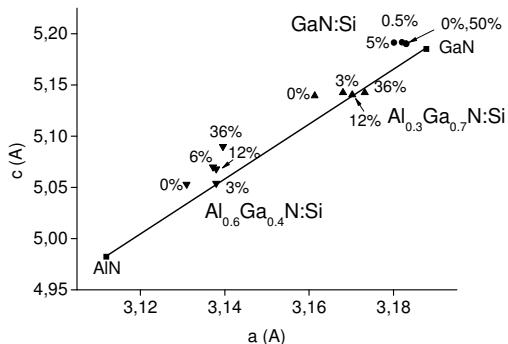


Рис.2. Значения параметров решетки  $c$  и  $a$

Измерения параметра решетки (ПР) представлены на рис.2. Там же приводятся значения для не напряженных GaN и AlN. Сплошная прямая дает значения свободных от напряжений ПР слоев с разными  $x$  в  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  (линейная зависимость по Вегарду). Если провести прямую с наклоном  $[-(2C_{13}/C_{33})*(c_0/a_0)]$  через экспериментальные значения ПР слоев, то точка ее пересечения со сплошной

прямой дает значения ПР  $c_r$  и  $a_r$  без искажений из-за напряжений в слоях. Здесь  $c_0$  и  $a_0$  – ПР слоев в ненапряженном состоянии,  $C_{13}$  и  $C_{33}$  – упругие постоянные для них, полученные линейной интерполяцией по Вегарду упругих постоянных для GaN и AlN. Из полученных таким образом значений ПР по закону Вегарда рассчитывался состав исследуемых слоев.

Анализ измерений параметра решетки ПР показал, что для больших потоков Si в остаточные напряжения кроме биаксиальных (из-за разницы коэффициентов температурного расширения сапфира и слоев) вносят заметный вклад и гидростатические (всесторонние) напряжения. Отношение  $c/a$  возрастает, особенно для серии образцов  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.3}\text{N:Si}$ . Вклад гидростатических напряжений для больших  $x$  в  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  и потоков примеси связан с сильным возрастанием концентрации дилатационных центров в слоях. Кроме относительно слабо деформирующих решетку катионных вакансий  $V_{\text{Ga}}$  и  $V_{\text{Al}}$  и атомов Si, замещающих Ga (и Al), в решетке может иметь место встраивание Si на место азота, приводящее к сильной компрессионной гидростатической деформации из-за большой разницы ионных радиусов кремния и азота (т.н. самокомпенсация при n-легировании).

Измерения эффекта Холла обнаружили различный характер зависимости концентрации электронов  $n$  от потока силана  $f_{\text{SiH}_4}$  для слоев GaN:Si и  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N:Si}$ . Образцы GaN:Si показали линейную зависимость  $n$  от потока  $f_{\text{SiH}_4}$  вплоть до концентрации электронов  $n = 1.2 \times 10^{20} \text{ см}^{-3}$  (уровень легирования 50%). Для образцов  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$  наблюдался переход от линейной зависимости при малых потоках силана к насыщению при потоках выше 12%. А в образцах  $\text{Al}_{0.6}\text{Ga}_{0.3}\text{N:Si}$  наблюдалась инверсия холловской зависимости  $n$  от потока уже при уровне легирования 6%. В то же время измерения ВИМС продемонстрировали последовательный рост концентрации [Si] в образцах при увеличении потока как для GaN:Si, так и для  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N:Si}$ . То есть наблюдалась возрастающая при увеличении  $x$  и потока Si разница общей и холловской концентраций (до  $\sim 1 \times 10^{20} \text{ ат/см}^3$  для GaN:Si), причиной которой является изменение структурного состояния части Si при высоких уровнях легирования и больших значениях  $x$  (в т. ч. и замена N на Si).

Полуширины  $\omega$  – ТКД дифракционных кривых при легировании возрастили до 1400 и 2400 угл. сек. для GaN:Si и  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{N:Si}$  и максимальных потоков, соответственно. Плотность вертикальных винтовых дислокаций в сильно легированных слоях в сравнении с

нелегированными увеличивается в 4 и 6 раз (до  $4 \cdot 10^9$  и  $12 \cdot 10^9$  см<sup>2</sup>) для GaN:Si и Al<sub>0.3</sub>Ga<sub>0.7</sub>N:Si, соответственно. Плотность вертикальных краевых дислокаций рассчитывалась из полуширин кососимметричных рефлексов 10-15 (screw - геометрия). Она выше, чем плотность вертикальных винтовых дислокаций, в 3.5 для GaN:Si и в 5 раз для Al<sub>0.3</sub>Ga<sub>0.7</sub>N:Si при максимальных потоках силана. Структурное качество Al<sub>0.6</sub>Ga<sub>0.3</sub>N:Si было значительно более низким.

Форма  $(2\omega - \omega)$  – ТКД кривых демонстрировала возрастание плеча дополнительной интенсивности (со стороны больших углов падения рентгеновских лучей на образец) при возрастании уровня легирования (рис. 3).

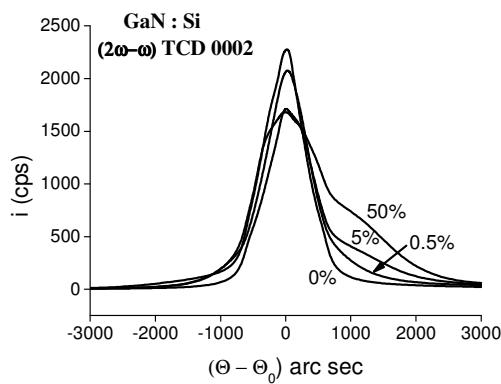


Рис.3.  $(2\omega - \omega)$  ТКД кривые для GaN:Si

При высоких потоках это плечо трансформируется в отдельный пик для Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N:Si. Т.к. ВИМС показывает однородное по толщине образцов распределение Si, то изменение формы  $(2\omega - \omega)$  – ТКД кривых отражает процесс постепенной релаксации латеральных напряжений (и деформаций) в слоях.

1. V.V. Ratnikov, R.N.Kyutt, T.V.Shubina, T.Pashkova, B.Monemar. J.Phys.D: Appl.Phys., 34, A30 (2001)

2. S.Heanre, E.Chason, J.Han, J.A.Florio, J.Figiel, J.Hunter, H.Amano, I.S.T.Tsong Appl.Phys.Lett 74, 3, 356-58 (1999)

# ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ ЭФФЕКТЫ ПРИ ДИФРАКЦИОННО-ИНДУЦИРОВАННОМ ДЕЛЕНИИ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ В ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛАХ

С.Е. Свяховский<sup>1</sup>, А.А. Скорынин<sup>1</sup>, В.А. Бушуев<sup>1</sup>,

С.В. Чекалин<sup>2</sup>, В.О. Компанец<sup>2</sup>,

А.И. Майдыковский<sup>1</sup>, Т.В. Мурзина<sup>1</sup>, В.Б. Новиков<sup>1</sup>, Б.И. Манцызов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119992 Москва, Россия

<sup>2</sup>Институт спектроскопии РАН, 142190 Москва, Троицк, ул. Физическая 5, Россия

e-mail: vabushuev@yandex.ru

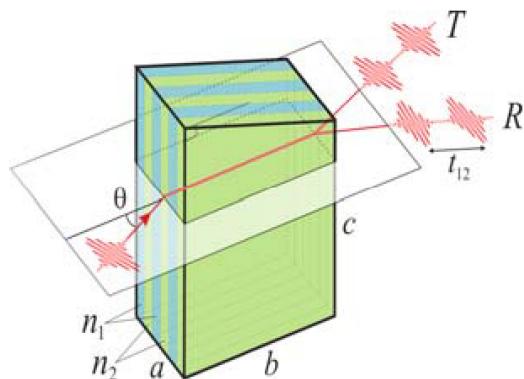
**Аннотация.** Теоретически и экспериментально исследованы поляризационные эффекты при брэгговском дифракционно-индукционном расщеплении лазерных импульсов в одномерном фотонном кристалле в геометрии Лауз. Показано, что интервалы времени между расщепленными импульсами и число выходящих импульсов существенно зависят от состояния поляризации падающего импульса.

## 1. Введение

Явление дифракционно-индукционного расщепления импульса (ДИР) в условиях динамической брэгговской дифракции в геометрии Лауз в линейных одномерных фотонных кристаллах (ФК) было предсказано нами теоретически [1, 2], а затем обнаружено нами же экспериментально [3] в случае *p*-поляризованных падающих лазерных импульсов с длительностью  $\approx 100$  фс. Импульсы падают на одномерный ФК, отражающие плоскости которого перпендикулярны поверхности кристалла, вблизи угла Брэгга  $\theta \approx \theta_B$ , как показано на рис. 1, и распространяются в ФК в проходящем (*T*) и дифракционном (*R*) направлениях. Было показано, что каждый падающий импульс внутри ФК может расщепляться на два импульса в каждом направлении, что соответствует двум собственным модам электромагнитного поля в ФК. Это так называемые бормановская и антибормановская оптические моды, хорошо известные в рентгеновской дифракционной оптике. Первая мода локализована главным образом в слоях ФК с меньшим показателем преломления, а вторая мода – в слоях с большим показателем преломления. Следовательно, импульсы этих мод распространяются в ФК с разными групповыми скоростями и, таким образом, может наблюдаться временное расщепление короткого падающего импульса на пары импульсов с некоторым интервалом времени  $t_{12}$  между ними (рис. 1). В работе [2] показана также возможность селективного сжатия или фокусировки одного из этих импульсов при одновременном уширении или дефокусировке другого импульса.

## 2. Теория

Поляризационные явления в эффекте ДИР в одномерном ФК на основе слоистого пористого кварца были изучены нами как теоретически, так и экспериментально [4]. Падающий на фотонный кристалл волновой пакет  $E_{in}(r, t)$  представлялся в виде спектрально-углового Фурье-разложения, т.е. в виде набора плоских монохроматических волн  $E_{in}(k, \omega)$ . Задача динамической дифракции решалась аналитически с учетом граничных условий для одномерного фотонного кристалла с большой модуляцией показателя преломления  $\Delta n = n_1 - n_2 \sim 0.1$ .

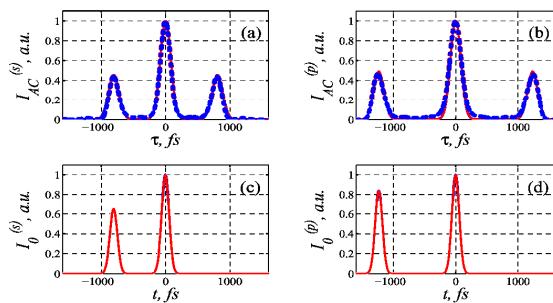


**Рис. 1.** Схема эксперимента по наблюдению расщепления лазерного импульса в одномерном фотонном кристалле. Размеры кристалла  $a \times b \times c = 0.3 \times 3.8 \times 5$  мм, длина волны лазерного излучения  $\lambda = 800$  нм, показатели преломления слоев ФК с разной степенью пористости  $n_1 = 1.45$  и  $n_2 = 1.35$ , *T* и *R* – импульсы в проходящем и дифракционном направлениях, соответственно,  $t_{12}$  – интервал времени между импульсами на выходе из фотонного кристалла.

Показано, что каждая спектральная компонента импульса, который падает на кристалл под углом Брэгга по отношению к слоям ФК, расщепляется в кристалле на когерентную суперпозицию двух проходящих и двух дифрагированных (дифракционно отраженных) волн. Эти волны распространяются в ФК с двумя

разными эффективными показателями преломления и, как результат, с двумя разными скоростями. Каждый импульс представляет собой волновой пакет, состоящий из пар связанных волн для каждой спектральной компоненты: один проходящий и один дифрагированный, распространяющиеся с одинаковой скоростью. На выходе из ФК пара проходящих ( $T$ ) и пара дифракционно отраженных ( $R$ ) импульсов распространяются далее в свободном пространстве (рис. 1).

В рентгеновской кристаллооптике хорошо известен эффект Бормана, т.е. эффект аномального прохождения при дифракции в геометрии Лауз. Он объясняется различием эффективных коэффициентов поглощения  $\mu_{1,2}^{ef}$  для обеих мод. Ясно, что и в рентгеновской области длин волн, помимо разных  $\mu_{1,2}^{ef}$ , имеется также и различие величин эффективных показателей преломления  $n_{1,2}^{ef}$ , что в принципе также должно приводить к эффекту временного расщепления импульса. Однако из-за чрезвычайно малой глубины модуляции  $\Delta n \sim 10^{-5}$  заметное расщепление возможно лишь при очень больших толщинах кристалла, на порядки превышающих глубины поглощения рентгеновских лучей, и поэтому эффект дифракционно-индущированного расщепления коротких рентгеновских импульсов экспериментально наблюдаться не может.



**Рис. 2.** Экспериментальные (штриховые линии) и рассчитанные (сплошные линии) автокорреляционные функции интенсивности  $I_{AC}^{(s,p)}(\tau)$  для лазерных импульсов, прошедших через ФК в направлении проходящей волны  $T$  для (а)  $s$ -поляризованного и (б)  $p$ -поляризованного падающего импульса. Рассчитанные интенсивности  $T$ -импульсов  $I_0^{(s,p)}$ , которые наилучшим образом совпадают с экспериментом, приведены для (с)  $s$ -поляризованного и (д)  $p$ -поляризованного падающего импульса.

Мы показали также [4], что разница групповых скоростей бормановской и антибормановской мод существенным образом различается для  $p$ - и  $s$ -состояний поляризации падающего импульса из-за большой решеточно-индущированной дисперсии в ФК. Это приводит к существенному изменению величины времени расщепления (времени задержки)  $t_{12}$  для  $p$ - и  $s$ -поляризованных лазерных импульсов, распро-

страняющихся в ФК (рис. 2), а также, в общем случае, к разному числу импульсов, выходящих из фотонного кристалла (см. рис. 3(с, д)).

После прохождения ФК число выходящих импульсов может меняться от двух до четырех в каждом из проходящего и дифракционно-отраженного направления, что зависит от состояния поляризации падающего импульса и от параметров ФК. Мы также показали теоретически, что существенную роль здесь играет то обстоятельство, что благодаря большой величине решеточно-индущированной дисперсии в ФК необходимо учитывать не только первый член в разложении поляризационного фактора по величине глубины модуляции, но и учитывать также второй член, который описывает необычную поляризационную зависимость явления дифракционно-индущированного расщепления импульсов. В случае малого параметра  $\sin^2\Theta_B/\chi_0 \ll 1$  и угла падения  $\Theta = \Theta_B$  можно показать [4], что времена задержки определяются соотношениями

$$t_{12}^{(s)} = (z|\chi_h|/c\chi_0^{1/2})(1 - \sin^2\Theta_B/2\chi_0), \quad (1)$$

$$t_{12}^{(p)} = (z|\chi_h|/c\chi_0^{1/2})(1 + 3\sin^2\Theta_B/2\chi_0), \quad (2)$$

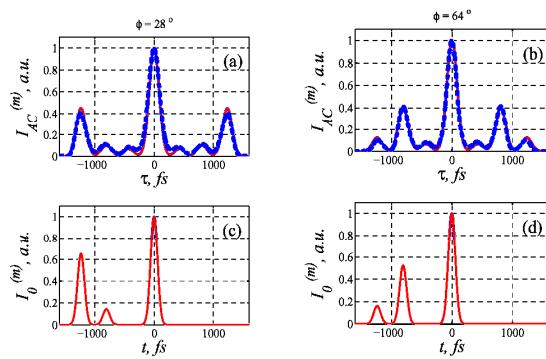
где  $z$  – толщина фотонного кристалла,  $c$  – скорость света в вакууме,  $\chi_0$  и  $\chi_h$  – Фурье-компоненты поляризуемости ФК.

Также показано теоретически, что в случае нелинейного взаимодействия излучения с веществом, например, в слоях с меньшим показателем преломления, один из импульсов, а именно бормановский импульс, распространяется подобно солитону, сохраняя при этом свою форму и постоянную скорость, тогда как второй импульс (антибормановский импульс) демонстрирует линейную динамику распространения в диспергирующей среде.

### 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Эксперименты были выполнены с использованием одномерного фотонного кристалла на основе многослойной периодической структуры из пористого кварца. Образец был приготовлен путем термического отжига ФК из пористого кремния, полученного методом электрохимического травления с периодическим изменением плотности тока. Для получения многослойной структуры, прозрачной на длине волны 800 нм, отжиг пористого кремния происходил в атмосфере кислорода при температуре 900° в течение 1-2 часов. В результате происходило полное окисление кремния в образце и формировалась многослойная периодическая структура из прозрачного пористого кварца.

Предварительные измерения, выполненные с использованием *s*-поляризованного света, показали, что показатели преломления слоев с высокой и низкой пористостью уменьшились по сравнению с пористым кремнием до величин  $n_1 = 1.45 \pm 0.02$  и  $n_2 = 1.35 \pm 0.02$ , тогда как до отжига они составляли  $n_1 = 1.80 \pm 0.05$  и  $n_2 = 2.20 \pm 0.05$ . Условия брэгговской дифракции выполнялись при угле падения  $31^\circ$  для излучения с длиной волны 800 нм. Толщина каждого слоя в ФК составляла 390 нм, а период – 780 нм. Изготовленный таким образом фотонный кристалл состоял из 375 слоев, так что поперечный размер ФК  $a = 300$  мкм был достаточен для проведения экспериментов в Лауз геометрии. Импульсы с длительностью 110 фс и длиной волны 800 нм генерировались титан-сапфировым лазером.



**Рис. 3.** (а, б) Экспериментальные (штриховые линии) и вычисленные (сплошные линии) автокорреляционные функции  $I_{AC}^{(m)}(\tau)$  импульсов, прошедших через ФК в *T*-направлении для “смешанных” поляризаций падающего и выходящего импульсов. Поляризационные углы (а)  $\phi = 28^\circ$  и (б)  $\phi = 64^\circ$ ; (с, д) – результаты расчета интенсивностей импульсов, которые наилучшим образом совпадают с экспериментальными данными.

Таким образом, мы продемонстрировали, что падающие на ФК фемтосекундные импульсы расщепляются в условиях выбранной экспериментальной схемы, и что время задержки существенным образом зависит от состояния поляризации лазерных импульсов. Это время почти в два раза больше для *p*-поляризованного излучения ( $t_{12}^{(p)} = 1255$  фс) по сравнению с *s*-поляризованным ( $t_{12}^{(s)} = 804$  фс, см. рис. 2(а, б)). Наши простые приближенные формулы (1), (2) показывают хорошее совпадение с экспериментом:  $t_{12}^{(p)} = 1170$  фс,  $t_{12}^{(s)} = 826$  фс. Более того, для смешанной поляризации картина временного расщепления становится более богатой и демонстрирует расщепление на 3 импульса (рис. 3). Левые пики на рис. 3(с, д) соответствуют быстрым *p*-поляризованным бормановским импульсам. Средние пики соответствуют бормановским *s*-поляризованным

импульсам, а правые пики отвечают *p*- и *s*-поляризованным медленным антибормановским импульсам, распространяющимся в ФК с одинаковыми скоростями. Следует отметить, что амплитуды этих трех пиков сравнимы по величине.

В заключение подчеркнем, что обнаруженный нами эффект поляризационно-чувствительного времененного расщепления фемтосекундных лазерных импульсов позволяет управлять как числом выходящих импульсов из фотонного кристалла, так и их интенсивностью и временем задержки. Экспериментальные результаты хорошо описываются в рамках линейной теории ДИР для одномерных ФК. Эффект ДИР может также наблюдаться в высокосовершенных 2D и 3D фотонных кристаллах в условиях динамической брэгговской дифракции в схеме Лауз [5].

Работа частично поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований (грант № 13-02-00300) и Федеральной Программой Министерства РФ по образованию и науке (грант № 8393).

- [1] Bushuev V.A., Mantsyzov B.I., and Skorynin A.A., “Diffraction-induced laser pulse splitting in a linear photonic crystal”, Phys. Rev. A **79**, 053811 (2009).
- [2] Скорынин А.А., Бушуев В.А., Манцызов Б.И., “Динамическая брэгговская дифракция оптических импульсов в фотонных кристаллах в геометрии Лауз: дифракционное деление, селективное сжатие и фокусировка импульсов”, ЖЭТФ, **142**, № 1(7), 64-76 (2012).
- [3] Svyahovskiy S.E., Kompanets V.O., Maidykovskiy A.I., Murzina T.V., Chekalin S.V., Bushuev V.A., Skorynin A.A., and Mantsyzov B.I., “Observation of diffraction-induced laser pulse splitting in a photonic crystal”, Phys. Rev. A **86**, 013843 (2012).
- [4] Svyahovskiy S.E., Skorynin A.A., Bushuev V.A., Chekalin S.V., Kompanets V.O., Maydykovskiy A.I., Murzina T.V., Novikov V.B., and Mantsyzov B.I., “Polarization effects in diffraction-induced laser pulse splitting in one-dimensional photonic crystals”, J. Opt. Soc. Amer. B. (2013) (принята в печать).
- [5] Bruser B., Staude I., Freymann G., Wegener M., and Pietsch U, “Visible light Laue diffraction from woodpile photonic crystals”, Appl. Opt. **51**, 6732-6737 (2012).

# Структурные превращения в $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{Mn}_{0.98}^{57}\text{Fe}_{0.02}\text{O}_3$ при термообработке

В.Д. Седых<sup>1</sup>, В.С. Русаков<sup>2</sup>, В.В. Кведер<sup>1</sup>, Г.Е. Абросимова<sup>1</sup>, В.И. Кулаков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт физики твердого тела РАН,

ул. Академика Осипьяна д.1, Черноголовка, 142432

<sup>2</sup> Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

e-mail: [sedykh@issp.ac.ru](mailto:sedykh@issp.ac.ru)

В данной работе методами мессбауэровской спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии (XRD) исследованы структурные изменения в поликристаллическом легированном барием манганите лантана  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{Mn}_{0.98}^{57}\text{Fe}_{0.02}\text{O}_{3+\delta}$  при разных режимах вакуумной термообработки: изотермический непрерывный и ступенчатый и изохронный отжиги. При вакуумном отжиге ромбодрическая фаза синтезированного образца сначала переходит в смесь ромбодрической и орторомбической  $PnmaI$  фаз. Начиная с некоторого времени отжига, ромбодрическая фаза исчезает, появляется смесь орторомбических фаз  $PnmaI$ ,  $PnmaII^*$  и  $PnmaII$  (общая пространственная группа  $Pnma$ ) со стехиометрическим составом по кислороду. Дальнейший вакуумный отжиг приводит к необычному флуктуационному изменению парциального соотношения орторомбических фаз для всех режимов вакуумного отжига.

**Введение.** Манганиты лантана с общей формулой  $\text{La}_{1-x}\text{Me}_x\text{MnO}_{3+\delta}$ , (где  $\text{Me}=\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$ ) относятся к структурному семейству перовскитов. Уникальные свойства и широкое применение этих материалов в разных областях современной техники, связанные с наличием колоссального магнетосопротивления, вызывают значительный научный интерес к данному структурному классу манганитов.

Ионы марганца в соединениях имеют смешанную валентность:  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$ . Ионы  $\text{Mn}^{3+}$  - ян-теллеровские ионы с вырожденным орбитальным состоянием электронов, тогда как  $\text{Mn}^{4+}$  - не ян-теллеровский ион. За счет эффекта Яна-Теллера (Jahn-Teller) в этих соединениях возникает орбитальный порядок, решетка сильно искажена [1]. Главной особенностью семейства соединений манганитов лантана с ян-теллеровскими ионами является сильная корреляция между решеточной и электронной подсистемами [1], поэтому изменения в структуре приводят к значительным изменениям физических свойств (транспортным, магнитным).

В зависимости от условий термообработки (отжиг в вакууме или на воздухе) можно получать разные структурные модификации соединений манганита лантана, основными из которых являются орторомбические фазы  $PnmaI$ ,  $PnmaII^*$  и  $PnmaII$  с общей пр.гр.  $Pnma$  и ромбодрическая фаза с пр.гр.  $R-3c$  [2,3]. Поскольку в манганитах лантана существуют обратимые структурные переходы [4], то, варьируя условия термообработки

(отжиг на воздухе или в вакууме), можно получать ту или иную структурную модификацию независимо от того, какая фаза изначально синтезируется. При этом меняется количество ионов  $\text{Mn}^{4+}$  и межузельного кислорода, поскольку каждая фаза имеет определенный интервал концентраций ионов  $\text{Mn}^{4+}$ .

В данной работе методами мессбауэровской спектроскопии и XRD проведено систематическое исследование структурных особенностей в легированном барием манганите лантана  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{Mn}_{0.98}^{57}\text{Fe}_{0.02}\text{O}_{3+\delta}$  в зависимости от условий термообработки.

**Эксперимент.** Поликристаллический  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{Mn}_{0.98}^{57}\text{Fe}_{0.02}\text{O}_{3+\delta}$  получен золь-гель методом из нитратов лантана и бария и ацетата марганца:  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Для мессбауэровских исследований в образец было введено 2 ат.% мессбауэровского изотопа  $^{57}\text{Fe}$  в виде водного раствора нитрата  $^{57}\text{Fe}$ . Метод синтеза исследуемого оксида подробно описан в работе [5].

Для получения необходимых структурных модификаций было проведено три режима вакуумного отжига: непрерывный изотермический отжиг при  $T=650^\circ\text{C}$ , каждый образец отжигался с определенной длительностью; ступенчатый часовой изотермический отжиг на одном образце при температуре отжига  $T_{an}=650^\circ\text{C}$ , после каждого отжига проводилось структурное исследование; изохронный вакуумный отжиг от 645 до  $705^\circ\text{C}$  при 8 часах отжига. После отжига реактор с образцом вынимался из печи и охлаждался до комнатной температуры. Весь процесс отжига и охлаждения происходил при непрерывной откачке реактора с образцом.

Соотношение валентных состояний  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$  определялось методом иодометрического титрования.

Съемка дифрактограмм порошковых образцов проводилась на дифрактометре Siemens D-500 ( $\text{Cu K}\alpha 1$  и  $\text{Co K}\alpha$  излучение) при комнатной температуре. Расчет параметров решетки выполнен по программе PowderCell (Werner Kraus & Gert Nolze, BAM Berlin).

Мессбауэровские измерения проведены при комнатной температуре на поликристаллических образцах на спектрометре, работающем в режиме постоянного ускорения. При анализе спектров поглощения использовалось приближение тонкого поглотителя.

**Результаты и обсуждение.** При введении двухвалентной примеси, замещающей трехвалентный лантан, в решетке образуются кислородные вакантные места. Поэтому уже при синтезе часть Mn<sup>3+</sup> переходит в Mn<sup>4+</sup> и кислород, приходящий с Mn<sup>4+</sup>, занимает в первую очередь эти вакантные места в решетке. Максимальное количество ионов Mn<sup>4+</sup> (и избыточного кислорода) имеет ромбоздрическую структуру.

Согласно рентгеновским данным синтезированный образец La<sub>0.95</sub>Ba<sub>0.05</sub>Mn<sub>0.98</sub>Fe<sub>0.02</sub>O<sub>3+δ</sub> является однофазным и имеет ромбоздрическую структуру (пространственная группа R-3c). Орторомбические фазы получены отжигом в вакууме при 650°C синтезированного образца с ромбоздрической структурой.

Из рентгеновских данных следует, что с ростом длительности вакуумного отжига количество ромбоздрической фазы уменьшается, и она переходит в орторомбическую фазу *PnmaI* (Рис.1).

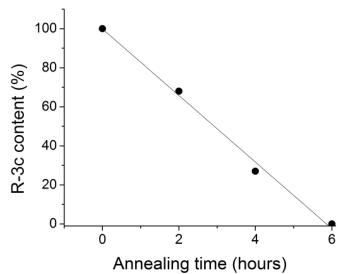


Рис.1.

При ступенчатом вакуумном отжиге согласно рентгеновским данным, начиная с 6 часов суммарного вакуумного отжига, когда исчезает ромбоздрическая фаза, образуется фаза *PnmaI*. Параметры решетки фазы заметно меняются с ростом суммарной длительности отжига и имеют флюктуационный характер (Рис.2). При непрерывном вакуумном отжиге, начиная с 4 часов, образуется не одна фаза *PnmaI*, а смесь орторомбических фаз *PnmaI* и *PnmaII\**, их парциальное соотношение значительно меняется с длительностью отжига и имеет флюктуационный характер (Таблица 1).

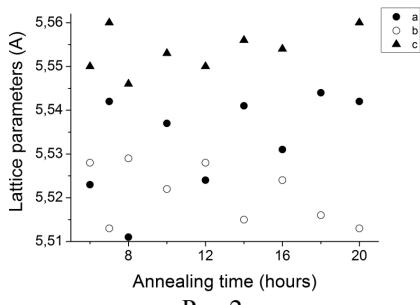


Рис.2.

Данные по титрованию показывают, что в ромбоздрической структуре находится порядка

32% ионов Mn<sup>4+</sup>, а после вакуумного отжига, когда образуется смесь орторомбических фаз, в образце присутствует 5 ат.% Mn<sup>4+</sup>. Это означает, что количество ионов Mn<sup>4+</sup> равно количеству примеси бария, т.е. соединение с орторомбическими фазами после вакуумного отжига имеет стехиометрический состав по кислороду ( $\delta = 0$ ).

Поскольку параметры решеток орторомбических фаз близки, то при наличии смеси фаз рентгенографически разделить их очень трудно. Однако с помощью мессбауэровской спектроскопии легко идентифицировать каждую фазу и оценить ее вклад.

Из оценки величин изомерных сдвигов следует, что железо в соединении во всех фазах находится в трехвалентном состоянии. Катион Fe<sup>3+</sup> замещает Mn<sup>3+</sup>. Поскольку Fe<sup>3+</sup> и Mn<sup>3+</sup> имеют близкие ионные радиусы, то такое замещение не вносит каких-либо заметных структурных искажений в решетку.

Мессбауэровский спектр синтезированной ромбоздрической фазы для соединения, легированного барием, имеет относительно узкие линии, как и в нелегированном барием соединении [4], и обрабатывается одним дублетом ( $\Delta = 0.32$  mm/s, IS = 0.36 mm/s,  $\Gamma = 0.33$  mm/s).

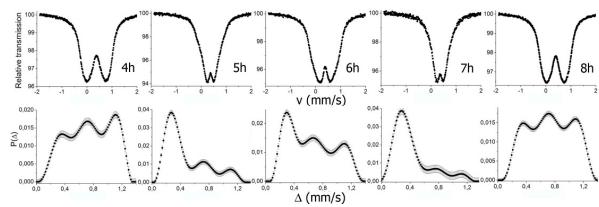


Рис.3.

Мессбауэровские спектры смеси орторомбических фаз после всех режимов термообработки представляют собой сильно уширенные квадрупольно-расщепленные дублеты, что может быть обусловлено суперпозицией нескольких дублетов с разными значениями квадрупольного расщепления. В качестве примера на Рис. 3 (сверху) показаны некоторые спектры образцов после непрерывного вакуумного отжига для нескольких времен отжига. Поскольку спектры гладкие, т.е. форма линий не проявляет каких-либо особенностей, то более корректно определять распределение квадрупольных расщеплений  $P(\Delta)$ . Такая задача может быть решена с помощью одного из методов решения некорректных задач [6-8]. Распределения квадрупольных расщеплений  $P(\Delta)$ , полученные по программе DISTRI из комплекса программ MSTools [9] для каждого мессбауэровского спектра, показаны на Рис.3 (внизу).

Из распределения квадрупольного расщепления  $P(\Delta)$  следует, что для всех трех режимов вакуумного отжига  $P(\Delta)$  всегда имеет три максимума (Рис. 3).

В нашей работе [10] мы показали, что первый максимум в  $P(\Delta)$  с максимальным значением  $\Delta$  имеет локальное окружение, соответствующее фазе  $PnmaII$  с максимальными искажениями решетки, связанными с эффектом Яна-Теллера. Третий максимум в  $P(\Delta)$  с минимальным значением  $\Delta$  имеет локальное окружение, соответствующее фазе  $PnmaI$  с минимальным искажением окружения, в которой эффект Яна-Теллера подавлен и которая является наиболее симметричной по сравнению с  $PnmaII$  [10,11]. Второй максимум в  $P(\Delta)$  связан с так называемой промежуточной фазой  $PnmaII^*$ , которая появляется при переходе  $PnmaI \rightarrow PnmaII$ . Таким образом, каждый максимум в  $P(\Delta)$  соответствует определенной структурной фазе. Из анализа распределения  $\Delta$  следует, что разница в величинах  $\Delta$  для орторомбических фаз значительная и составляет порядка 0.4 мм/с. Поэтому из мессбауэровских данных легко идентифицируется каждая орторомбическая фаза и можно легко определять изменение парциального соотношения фаз.

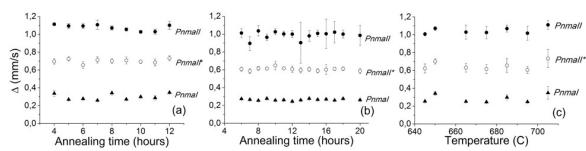


Рис.4.

Из  $P(\Delta)$  следует, что независимо от условий любого вакуумного отжига позиция каждого максимума не меняется (Рис.4). Это означает, что локальное окружение практически стабильно в каждой фазе и не зависит от условий термообработки.

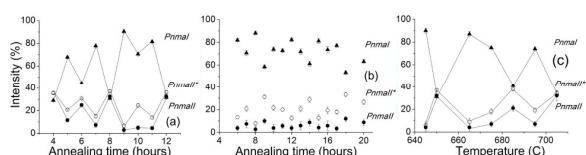


Рис.5.

Ранее нами было показано для базового соединения, что при вакуумном отжиге, когда система приходит к стехиометрическому составу, т.е. межузельный кислород отсутствует, структура стабильна и в ней уже ничего не происходит вплоть до распада соединения на окислы [11]. Однако, как следует из Рис.3, для легированного барием соединения  $La_{0.95}Ba_{0.05}Mn_{0.98}Fe_{0.02}O_3$ , имеющего стехиометрический состав по кислороду после вакуумного отжига, относительные интенсивности трех максимумов в  $P(\Delta)$ , сильно флуктуируют с длительностью отжига или температурой. Зависимости интенсивностей максимумов для каждой орторомбической фазы от длительности отжига (изотермический режим) и температуры (изохронный режим) для всех используемых условий термообработки показаны на Рис.5.

Исходя из полученных экспериментальных данных, возникает три принципиальных вопроса: (1) наличие фазовых переходов при вакуумном отжиге в соединении, имеющем стехиометрический состав по кислороду ( $\delta=0$ ); (2) обратимость фазовых переходов, которая существует только при наличии межузельного кислорода ( $\delta>0$ ); (3) флуктуационный характер изменения парциального соотношения орторомбических фаз при термообработке.

Вопрос о причинах происходящих явлений в исследуемом нами легированном барием соединении  $La_{0.95}Ba_{0.05}Mn_{0.98}Fe_{0.02}O_3$  пока остается открытым.

**Заключение.** Синтезированное золь-гель методом поликристаллическое соединение  $La_{0.95}Ba_{0.05}Mn_{0.98}Fe_{0.02}O_{3+\delta}$  имеет ромбоэдрическую структуру с пространственной группой R-3c. При вакуумном отжиге ромбоэдрическая фаза переходит в смесь орторомбических фаз  $PnmaI$ ,  $PnmaII^*$  и  $PnmaII$  со стехиометрическим составом по кислороду. Дальнейший вакуумный отжиг приводит к необычному флуктуационному изменению парциального соотношения орторомбических фаз в зависимости от условий отжига.

1. Кугель К.И., Хомский Д.И. // УФН 1982, **136**(4), 621.
2. Huang Q., Santoro A., Lynn J.W., Erwin R.W., Borchers J.A., Peng J.L., Greene R.L. // Phys. Rev. B 1997, **55**, 14987.
3. Седых В.Д., Смирнова И.С., Багаутдинов Б.Ш., Шехтман В.Ш., Дубовицкий А.В. // Поверхность Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2002, **12**, 9.
4. Sedykh V., Shekhtman V.Sh., Zverkova I.I., Dubovitskii A.V., Kulakov V.I. // Physica C 2006, **433**, 189.
5. Седых В.Д., Шехтман В.Ш., Дубовицкий А.В., Зверькова И.И., Кулаков В.И. // ФТТ 2009, **51**, 373.
6. Тихонов А.Н. // ДАН СССР 1963, **153**(1), 49.
7. Тихонов А.Н., Арсенин В.Я. // М.: Наука, 1979.
8. Тихонов А.Н., Гончарский А.В., Степанов В.В., Ягола А.Г. // М: Наука, 1983.
9. Русаков В.С. // Изв.РАН. Серия физическая 1999, **7**, 1389
10. Sedykh V., Rusakov V. S. // AIP Conf. Proc., Proc. Int. Conf. Mossbauer Spectroscopy in Materials Science-2010, vol. 1258, 978-0-7354-0806-7/10, 2010, 108-114.
11. Sedykh V., Abrosimova G.E., Shekhtman V.Sh., Zver'kova I.I., Dubovitskii A.V., Kulakov V.I. // Physica C 2005, **418**(3-4), 144.

## Синхротронные исследования протеинов

**В.Н. Сивков<sup>1</sup>, С.В. Некипелов<sup>2</sup>, О.В. Петрова<sup>1</sup>, В.В. Волков<sup>3</sup>, В.Ф. Лапук<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>Коми научный центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая, 24

<sup>2</sup>Коми педагогический институт, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая, 25

<sup>3</sup>Институт кристаллографии РАН, 119991, Москва, Ленинский проспект, 47

<sup>4</sup> Институт органической химии РАН, 119333, Москва, Ленинский проспект, 59

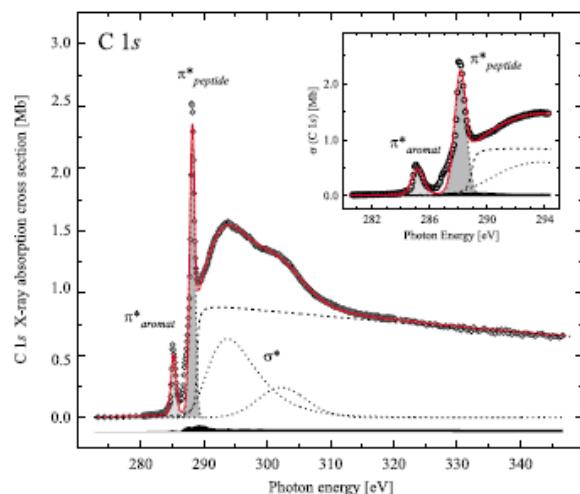
e-mail: [svn@dm.komisc.ru](mailto:svn@dm.komisc.ru)

Изучение атомного и химического состава, пространственной и электронной структуры протеинов в биологических структурах и гибридных материалах имеет важное прикладное значение, а также является актуальным из биохимических, структурных, экологической и эволюционной точек зрения. При этом большое внимание привлекают исследования деструкции и модификации протеинов под действием излучения и в результате теплового или химического воздействия. Актуальным также является изучение протеинов, образующие на поверхности твердых тел самоорганизующиеся слои (S-layer) с уникальными структурными и физико-химическими свойствами [1-3], применение которых перспективно для создания периодических структур из наноразмерных металлических частиц и стимулирует их спектральные исследования.

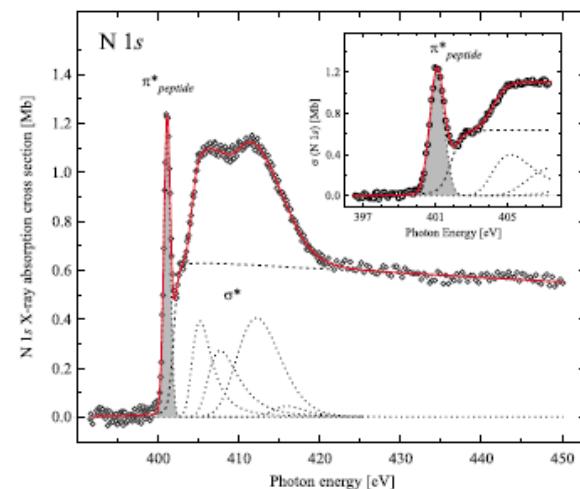
В состав субединицы большинства протеинов входят все альфа-аминокислоты, которые содержат следующие функциональные атомные группы: peptide group CONH<sub>2</sub>, amide group CONH<sub>2</sub> (Asn, Gln), carbamino group CNH<sub>2</sub> (Lys), guanidine group H<sub>2</sub>NHN=C-NH<sub>2</sub> (Arg), imidazole group (His), indol group (Trp) carboxyl group COOH (Asp, Glu), alcohol group COH (Ser, Thr) и phenol group C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH (Тир) и ароматиче circle C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> (Phe). Все эти группы слабо связаны друг с другом, так как располагаются в боковых функциональных группах аминокислот, за исключением пептидной группы, которая является связующим звеном между аминокислотами, входящими в состав протеинов.

Традиционным методом изучения атомно-молекулярного строения и электронной структуры вещества наnano уровне являются методы ультрамягкой рентгеновской спектроскопии, и поэтому представляется весьма актуальным проведение структурных исследований протеинов методом NEXAFS - спектроскопии (Near edge X-ray absorption fine structure). Хорошо известно, что NEXAFS рентгеновских спектров очень чувствительна к изменению атомного состава и симметрии ближайшего окружения поглотившего рентгеновский квант атома [4]. Принимая во внимание высокую селективность поглощения мягкого рентгеновского излучения атомами в соответствии с дипольными правилами отбора, можно ожидать, что NEXAFS-

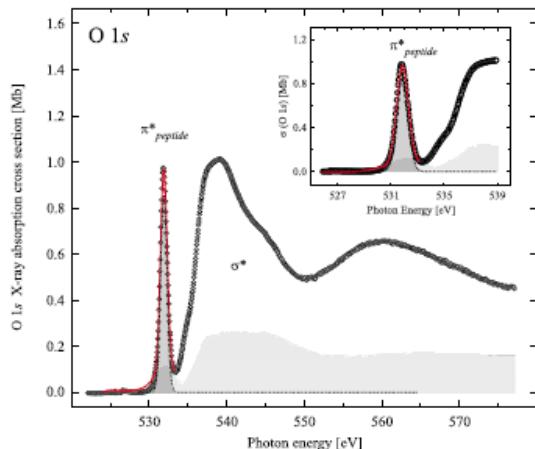
спектроскопия будет эффективным методом изучения модификации протеинов в дополнении к традиционным дифракционным методам. Обсуждаемые в настоящей работе результаты получены с использованием излучения Русско-Германского канала выхода и монохроматизации синхротронного излучения на BESSY-II (г. Берлин, Германия) [5]



**Рис. 1.** NEXAFS 1s – спектров поглощения углерода в S-layer.



**Рис. 2.** NEXAFS 1s – спектров поглощения азота S-layer.



**Рис. 3.** NEXAFS 1s – спектров поглощения кислорода в S-layer.

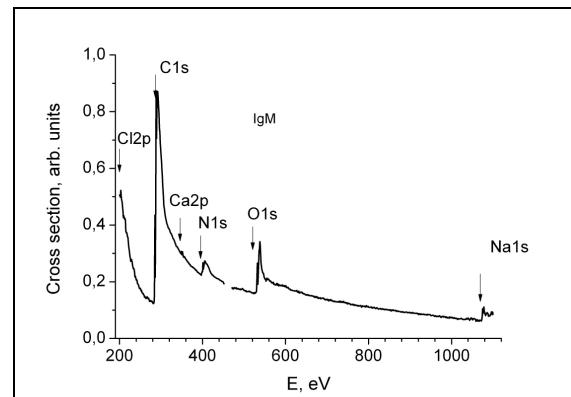
Первоначально были исследованы протеины, выделяемые из бактерии *Bacillus sphaericus* NCTC 9602, образуют на поверхности твердых тел самоорганизующиеся слои (S-layer). На поверхности пассивированного на воздухе чистого кремния [SiO<sub>x</sub>/Si(100)] S-layer из бактерии *Bacillus sphaericus* NCTC 9602, имеет симметрию p4 с постоянной решетки 12.5 нм и сложную структуру пор с диаметром 2-3 нм [6-8]. При этом покрытие поверхности кремния протеином составляет не менее 80-90%, и толщина слоя S-layer составляет 5.0 нм. Каждая отдельная ячейка периодической решетки S-layer состоит из четырех одинаковых фрагментов, каждый из которых включает в себя 1228 аминокислот и имеет молекулярный вес 111.5 kDa [6]. В состав субединицы S-layer входят все альфа-аминокислоты за исключением Cyseine, при этом на один атом азота в среднем приходится 3.91 атомов углерода, 1.22 атома кислорода, 7.7 атомов водорода, 0.0026 атомов серы и 0.81 пептидных связей. Методика приготовления S-layer из *Bacillus sphaericus* NCTC 9602 описана в работах [7-8].

Проведенные исследования распределения сил осцилляторов рентгеновских переходов определяемых из спектральных зависимостей абсолютных сечений поглощения в области C, N и O 1s - краев поглощения в протеинах (на примере S-layer) показали, что основные элементы тонкой структуры спектров поглощения обусловлены рентгеновскими переходами на  $\pi^*$ -молекулярную орбиталь плоской пептидной группы CONH [9]. В частности, резонансные полосы поглощения 401.3 эВ и 531.8 эВ в спектрах атомов азота и кислорода на 90%, а 288.1 эВ в спектре углерода исключительно определяются переходами в пептидной группе (рис.1-3). Таким образом, эти 1s - спектры S-layer являются типичными для протеинов и позволяют контролировать деградацию и модификацию протеинов при различных воздействиях.

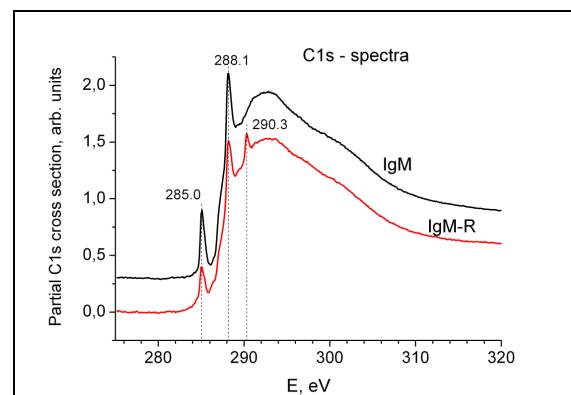
На следующем этапе работы были впервые исследованы NEXAFS C1s, N1s и O1s – спек-

тров протеинов, входящих в состав моноклонального ревматоидного иммуноглобулина IgM и моноклонального ревматоидного фактора (РФ) IgM-R [10]. Ревматоидный фактор иммуноглобулина M (IgM-R) принадлежит к группе РФ, которые являются аутоантителами против иммуноглобулинов G собственного организма. Ревматоидный фактор играет важную роль в патогенезе ревматоидного артрита [11] и при хронических инфекционных заболеваниях. Наряду с патологической функцией, ревматоидный фактор играет значительную роль в нормальном функционировании иммунной системы. Поэтому исследования РФ имеют важное значение для понимания аутоиммунных заболеваний, а также для разработки новых методов диагностики и лечения заболеваний. Цель настоящей работы – определение атомного состава и выявление различий в тонкой структуре рентгеновских спектров составляющих атомов IgM и IgM-R.

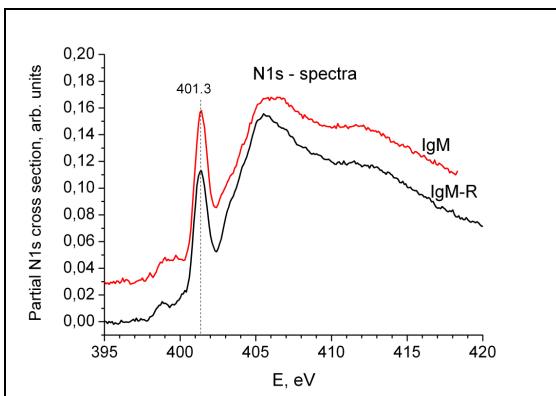
Результаты исследований представлены на рис.4-8. На рис.4 приведена спектральная зависимость сечений поглощения IgM в интервале энергий 200-1200 эВ.



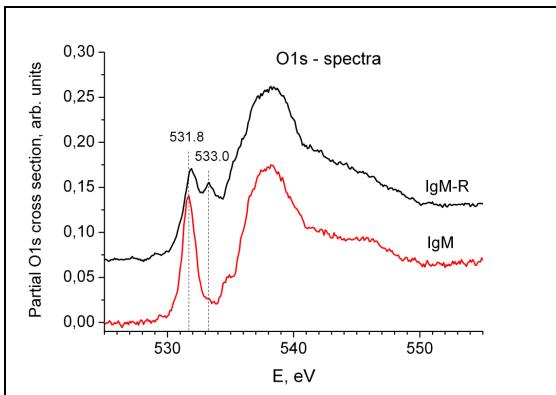
**Рис. 4.** Спектральная зависимость сечений поглощения IgM в широком интервале энергий квантов. Стрелками указаны края поглощения атомов хлора, углерода, кальция, азота, кислорода и натрия. Разрыв приходится на интервал 2p – края поглощения Ti –фильтра.



**Рис. 5.** NEXAFS 1s – спектров поглощения углерода в IgM и IgM-R



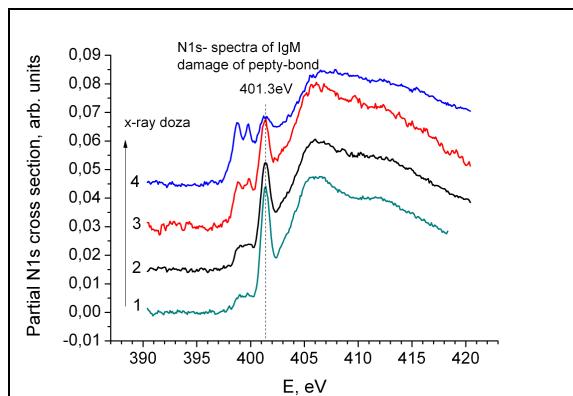
**Рис. 6.** NEXAFS 1s – спектров поглощения азота в IgM и IgM-R



**Рис. 7.** NEXAFS 1s – спектров поглощения кислорода в IgM и IgM-R

Видно, что помимо области 1s – краев поглощения углерода, азота и кислорода в общей спектральной зависимости обнаруживается также NEXAFS в области Cl 2p-, Ca 2p- и Na 1s-краев поглощения. Присутствие последних, вероятно, связано с незначительными примесями от буферного раствора.

На рис.5-7 где показаны NEXAFS C1s, N1s O1s – спектров поглощения IgM и IgM-R. Из этих рисунков хорошо видно, очевидном сходство их спектров благодаря наличию тонкой структуры характерной для пептидной группы: 288,1 эВ (C1s-спектр), 401,3 эВ (N1s-спектр) и 533,0 эВ (O1s-спектр). Однако, в спектрах атомов углерода и кислорода в составе IgM-R обнаруживается дополнительная структура, а именно пик 290,3 эВ в C1s – и пик 533,0 эВ в O1s – спектрах поглощения. Эти дополнительные элементы, характерны для аниона  $[CO_3]^{2-}$ , что позволяет предполагать такой устойчивой атомной группы в составе IgM-R. На рис.8 демонстрируется применение метода NEXAFS-спектроскопии для изучения процесса радиационного разложения IgM под действием ультрамягкого рентгеновского излучения. Хорошо видно, что с увеличением дозы падает интенсивность полосы 401,3 эВ и формируется новая структура. Эти изменения определенно указывают на разрушении пептидной связи.



**Рис. 8.** Изменения NEXAFS N1s – спектров поглощения IgM в зависимости от дозы излучения.

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY-II и при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ (№ 12-02-00088-а и Президиума КНЦ УрО РАН - 12-У-1-1010).

- [1] Mann S., Nature, **365**, 499 (1993).
- [2] Sleytr U.B., P. Messner, D. Pum, M. Sara, Crystalline Bacterial Cell Surface Proteins (Academic Press, San Diego, 1996).
- [3] Sleytr U.B.; Sara, M. Trends Biotechnol., **15**, 20 (1997).
- [4] Stohr, J. NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992).
- [5] Fedoseenko S.I., Iossifov I.E., Gorovikov S.A., Schmidt J.-S., Follath R., Molodtsov S.L., Adamchuk V.K., Kaindl G. Nucl. Instr.and Meth.. A, **470**, 84 (2001).
- [6] The structure of the S layer of *B. sphaericus* NCTC 9602 is available from the Nucleotide Sequence Database of the European Molecular Biology Laboratory (<http://www.ebi.ac.uk>)
- [7] Vyalikh D.V., Kirchner, A., Kade, A., Danzenbacher, S.; Dedkov, Yu.S.; Mertig, M.; Molodtsov, S.L. J. Phys. Condens. Matter, **18**, 131 (2006).
- [8] Vyalikh D.V.; Danzenbächer S.; Mertig M.; Kirchner A.; Pompe W.; Dedkov Yu.S.; Molodtsov S.L. Phys. Rev. Lett., **93**, 238103(2004).
- [9] Kummer K., Sivkov V.N., D.V. Vyalikh, Maslyuk V.V., Bluher A., Nekipelov S.V., Bredow T., Mertig I., Mertig MMolodtsov., S.L.. Phys. Rev. B. **80**. 155433. (2009).
- [10] Volkov V.V., Lapuk V.A., Shtykova E.V., Stepina N.D., Dembo K.A., Sokolova A V., Amarantov S.V., Timofeev V.P., Ziganshin R.Kh. Varlamova E.Yu. Cryst. Report. **53**,466(2008)
- [11] Sutton B., Corper A., Bonagura V., Taussig M.. Immunol. Today **21**, 177 (2000).

## Численное моделирование дифракции рентгеновских лучей на массиве квантовых точек заданной формы

Д.В. Сивков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Коми научный центр УрО РАН, 167982, г. Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 24  
[danjorno@yandex.ru](mailto:danjorno@yandex.ru)

В настоящее время в наноэлектронике, области физики, имеющей дело с феноменами, происходящими в диапазоне сравнимом с размерами атома, наблюдается стремительный прогресс полупроводниковых технологий. Методики выращивания наноразмерных структур стремительно совершенствуются и фактически позволяют производить операции с отдельными атомами и создавать приборы с уникальными свойствами, поэтому разработка и развитие информативных методов тестирования и контроля формирования наноразмерных структур является актуальной задачей.

Сложность изучения объектов такого рода заключается в малых размерах их структурных элементов, и как следствие спецификой физических и химических свойств, неоднородностью гетерограниц, присутствием разупорядоченных и аморфных составляющих. При этом первостепенное значение играет возможность неразрушающего контроля качества изготовления и получения достоверной и максимально точной информации об их атомно-кристаллической структуре, форме, плотности, состояния интерфейса и распределении деформаций в веществе матрицы.

Мощным и эффективным методом исследования наноразмерных кристаллических структур является метод высокоразрешающей рентгеновской и синхротронной дифрактометрии [1-4]. Его отличительной особенностью является экспрессность измерений, отсутствие необходимости специальной подготовки образца, высокая прецизионность в определении параметров кристаллической структуры и чувствительность к наличию различного рода структурных искажений, в том числе малых.

Среди подобных объектов упорядоченные массивы квантовых точек (КТ), сформированные в объеме кристалла, привлекают особое внимание и имеют широкие перспективы применения в нанооптике и наноэлектронике [5,6]. При этом механические напряжения и дефекты в полупроводниковыхnanoструктурах оказывают определяющее влияние на их уникальные свойства и тесно связаны со структурой одиночных КТ и степенью упорядоченности их массивов. Вследствие этого, получение упорядоченных ансамблей КТ требует разработки методов расчета полей деформации таких структур,

теоретического анализа механизмов их самоорганизации, а так же построения моделей дефектов.

Настоящая работа посвящена развитию теории дифракции рентгеновских лучей на массиве КТ, имеющих различную форму и параметры расположения в матрице образца.

Рассмотрим поле деформации возникающее в кристаллической среде содержащей включение произвольной формы. Следуя работе [7] вектор упругих смещений в точке  $\mathbf{r}$  может быть записан в виде

$$\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = \Lambda \int_V \frac{\mathbf{r} - \mathbf{r}'}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|^3} d\mathbf{r}', \quad (1)$$

где  $\Lambda = \varepsilon_0(1+\nu)/[4\pi(1-\nu)]$ ,  $\varepsilon_0 = (a_{QD} - a_M)/a_M$  – рассогласование решеток включения  $a_{QD}$  и матрицы  $a_M$ ,  $\nu$  – коэффициент Пуассона,  $V$  – объем включения. Введя понятие потенциала однородного включения [8]

$$\varphi(\mathbf{r}) = \Lambda \int_V \frac{d\mathbf{r}'}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} \quad (2)$$

и воспользовавшись методом разложения по мультипольям приведем потенциал (2) к виду

$$\varphi(\mathbf{r}) = \varphi_0(\mathbf{r}) + \varphi_1(\mathbf{r}) + \varphi_2(\mathbf{r}) + \dots \varphi_n(\mathbf{r}) \dots, \quad (4)$$

Согласно (1) и (2), поле атомных смещений от КТ определяется градиентом потенциала  $\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = -\nabla\varphi(\mathbf{r})$ , следовательно, оно также может быть записано в виде ряда

$$\delta\mathbf{u}(\mathbf{r}) = \delta\mathbf{u}_0(\mathbf{r}) + \delta\mathbf{u}_1(\mathbf{r}) + \delta\mathbf{u}_2(\mathbf{r}) + \dots \delta\mathbf{u}_n(\mathbf{r}), \quad (5)$$

где  $\delta\mathbf{u}_n(\mathbf{r}) = \Lambda(n+1) \frac{\mathbf{r} P_n(\cos(\gamma))}{r^{n+3}} \Omega_n$ .

В рамках данного подхода получено решение для модели КТ в форме эллипсоида вращения. Поле смещения было рассчитано с точностью до члена разложения с номером  $n=6$ .

Тем не менее, с ростом  $n$  величина  $\delta\mathbf{u}_n$  быстро

спадает (поскольку обратно пропорциональна  $r^n$ ). Однако слагаемые с большими  $n$  оказывают

сильное влияние на вид кривой смещения в узкой области вблизи границы КТ. Так же нужно отметить, что чем меньше отличается форма эллипсоида от сферической, тем слабее

влияние компонент  $\delta u_n$  с большими  $n$  на общий

вид  $\delta u$ .

Полученные результаты показывают, что при отношении латерального радиуса к высоте эллипсоидальной КТ  $R/H = 1/2$  карта распределения интенсивности диффузного рассеяния в обратном пространстве  $I(q_x, q_z)$

очень слабо зависит от наличия слагаемых с  $n > 4$ .

Разложение компоненты тензора деформации от массива КТ  $e_{rr}$  (описывает линейное изменение деформации для выделенного направления  $r$ ) будет иметь вид [9]

$$e_{rr}(\mathbf{r}) = \frac{1}{d_1 d_2 d_3} \sum_{n_1, n_2, n_3} \tilde{e}_{rr}^s(\xi_n) e^{i \xi_n \cdot r}, \quad (6)$$

где  $d_1, d_2, d_3$  – периоды расположения КТ для соответствующих направлений. Фурье преобразование компоненты тензора деформации отдельной КТ  $\tilde{e}_{rr}^s$  внутри кубического кристалла имеет вид

$$\tilde{e}_{rr}^s(\mathbf{q}) = E_0 \tilde{\chi}_{QD}(\mathbf{q}) \times \quad (7)$$

$$\left\{ 1 - \frac{(C_{11} + 2C_{12})(C_{44}\xi^2 / \xi_r^2 + C_{an})}{1 + C_{44}(C_{12} + C_{44}) \sum_{p=1}^3 \frac{\xi_p^2}{C_{44}\xi^2 + C_{an}\xi_p^2}} \right\}$$

Здесь  $C_{11}, C_{12}, C_{44}$  – упругие константы;  $C_{an} = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$  описывает анизотропную часть тензора;  $E_0 = (a_m - a_{QD})/a_{QD}$  – деформация несоответствия;

$$\tilde{\chi}_{QD}(\mathbf{q}) = \int_{QD} e^{i \xi \cdot \mathbf{r}} d\mathbf{r} \quad (8)$$

– Фурье преобразование характеристической функции КТ. Аналитические решения этой функции имеются для КТ практически любой достаточно сложной геометрической формы.

Выражения для проекции смещения на выделенное направление за пределом КТ можно записать в виде:

$$u_r(\mathbf{r}) = \frac{1}{d_1 d_2 d_3} \sum_{n_1, n_2, n_3} \tilde{e}_{rr}^s(\xi_n) \frac{e^{i \xi_n \cdot \mathbf{r}}}{(\xi_n)_r} + \quad (9)$$

где  $u_{r0}$  – начальное смещение на границе КТ.

Амплитуда рассеяния на деформациях за пределом КТ, зависящая от смещения  $\mathbf{U}$ , в общем виде может быть представлена как

$$D(\mathbf{q}) - D_{SW}(\mathbf{q}) = \quad (10) \\ - i 2 \pi \frac{\mathbf{h} \mathbf{q}}{q} \int_0^{\pi/2} d\theta \sin \theta \cdot \cos \theta \int_{r_0(\theta)}^{\infty} dr r^2 u_r(r, \theta) \cdot e^{i q r}$$

где  $r_0(\theta)$  – расстояние от центра КТ до ее границы в плоскости перпендикулярной  $(x, y)$ , для расчета КТ определенной геометрической формы данное выражение может быть упрощено с учетом ее степени симметрии.

Аналитическое решение для амплитуды диффузного рассеяния имеет вид

$$D(\mathbf{q}) = D_{SW}(\mathbf{q}) + D_H(\mathbf{q}) + D_Q(\mathbf{q}) + D_M(\mathbf{q}). \quad (11)$$

В (11)  $D_{SW}(\mathbf{q})$  – амплитуда рассеяния для эллипсоидальных включений без учета деформаций вне КТ (амплитуда рассеяния Стокса-Вильсона),  $D_H(\mathbf{q})$  – амплитуда хуанговского рассеяния,  $D_Q(\mathbf{q})$  и далее – поправки к амплитуде за счет учета квадрупольного и последующих членов разложения амплитуды диффузного рассеяния.

Решение для амплитуды рассеяния Стокса-Вильсона для включения определенной формы  $D_{SW}(\mathbf{q})$  имеет вид Фурье преобразования характеристической функции КТ (эквивалентно (8)).

Следующие за  $D_{SW}(\mathbf{q})$  слагаемые в (11) имеют свое аналитическое представление вида (см. [9]):

$$D_i(\mathbf{q}) = C_i \mathbf{h} \mathbf{q} \int_{-1}^1 dx f_1(x) e^{f_2(q, x)}, \quad (12)$$

где  $C_i$  – константа, а  $f_1(x)$  и  $f_2(q, x)$  – некоторые функции.

При сопоставлении аналитического подхода с предложенными выше численными расчетами для КТ в форме эллипсоида вращения, было обнаружено, что величина  $u_{r0}$  в (9) может быть найдена из условия  $u_r(R_0(\theta)) = 0$ . Здесь  $R_0(\theta)$  определяется границами прямоугольного параллелепипеда описанного вокруг КТ, центр которого совпадает с центром КТ с длинами сторон равными расстоянию между соседними КТ в соответствующем направлении. Данное условие является физически обоснованным.

На основе уравнений (7), (9) и (10) проведено численное моделирование распределения интенсивности диффузного рассеяния от периодического массива КТ в форме эллипсоида, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды в кристалле GaAs. Для анализа численных расчетов

использовано аналитическое представление интенсивности диффузного рассеяния от КТ в форме эллипсоида, в основе которого лежит вычисление смещения деформации КТ в виде разложения по мультиполям (5). С этой целью проведено сравнение рассчитанных данных для массива КТ с данными полученными аналитически для отдельной КТ. Построены карты распределения интенсивности в обратном пространстве диффузного рассеяния от периодического массива КТ различной геометрической формы, располагающегося в кубическом кристалле.

Помимо деформации структуры кристалла вызванной наведенными упругими деформа-

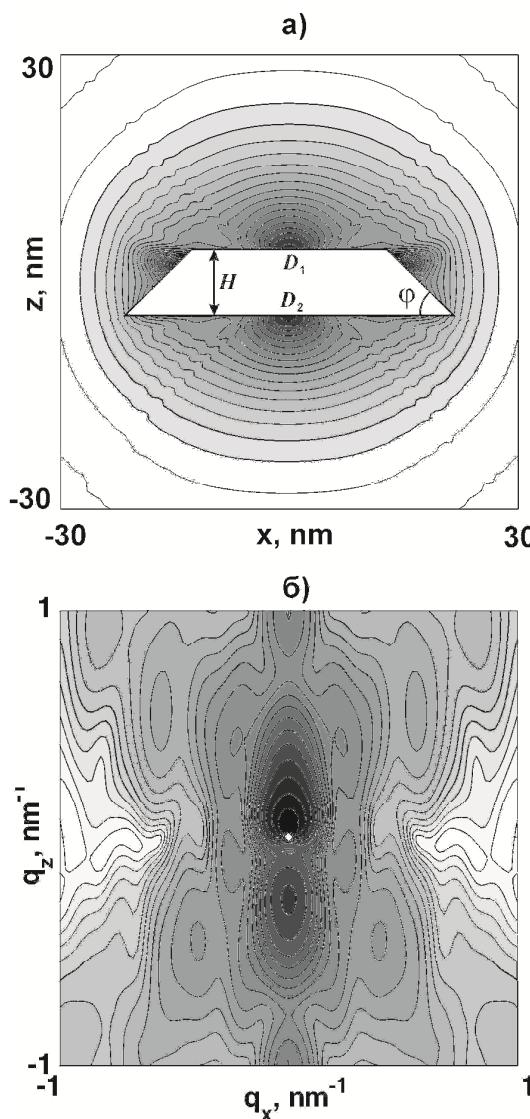


Рис. 1

- а) Карта распределения поля смещения в матрице GaAs от квантовой точки (КТ) имеющей форму усеченного конуса, рассчитанная для массива КТ. Расстояние между точками  $d = 400$  нм; параметры точки  $H=8.7$  нм,  $D_1=2.6$  нм,  $D_2=4.3$  нм,  $\phi=45^\circ$ .  
 б) Карта распределения интенсивности диффузного рассеяния от массива КТ в форме усеченного цилиндра (а) в среде GaAs вблизи узла обратной решетки (004).

циями вблизи КТ, взаимное расположение КТ также оказывает влияние на угловое распределение диффузного рассеяния. Для его учета воспользуемся паракристаллической моделью распределения квантовых точек [10].

В основе этой модели лежит общее решение для когерентного рассеяния в кинематическом приближении [8], которое рассматривается для малого объема засвеченного пучком кристаллического слоя  $V_0$ , достаточного для того что бы пренебречь зависимостью от  $r$ .

В рамках данной модели выражение для интенсивности диффузного рассеяния будет иметь вид

$$I_h(q_x, q_z) = I(q_x, q_z) \cdot \int_{-\infty}^{\infty} dq_y F(q_x, q_z), \quad (13)$$

где  $F(q_x, q_z)$  – интерференционный структурный фактор, описывающий порядок в расположении КТ, представляющий собой Фурье преобразование от свертки функций пространственного распределения КТ  $W^{a,b}(\rho_x, \rho_y)$  для двух характерных направлений расположения КТ в латеральной плоскости  $(x,y)$ , которые определяются базисными векторами  $a$  и  $b$ . Функция пространственного распределения КТ описывает ближний структурный порядок при отсутствии дальнего порядка.

$$W^{a,b}(\rho_x, \rho_y) = \delta(\rho_x, \rho_y) + \quad (14)$$

$$\sum_{m=1}^{N_a} \frac{(N_{a,b} - m)}{N_{a,b}} (H_m^{a,b}(\rho_x, \rho_y) + H_{-m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y))$$

,

где  $H_{\pm m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y) = H_{\pm 1}^{a,b}(\rho_x, \rho_y)^{\otimes m}$  – распределение  $m$ -х соседей, представляет собой свертку  $m$  функций расположения первых соседей, в качестве которой выбрана функция нормального распределения от двух независимых переменных  $\rho_x$  и  $\rho_y$ . Нижний индекс  $H_{\pm m}^{a,b}(\rho_x, \rho_y)$  указывает положительное или отрицательное направление от центра координат (значения которые принимают  $\rho_x$  и  $\rho_y$ ).

В рамках развитой модели проведено численное моделирование углового распределения диффузного рассеяния от системы с КТ в форме эллипса, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды с учетом их пространственной корреляции. Полученные данные согласуются с экспериментальными результатами.

Работа была выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-02-00088-а и Президиума КНЦ УрО РАН – 12-У-1-1010.

[1] Springholz, G., Holý, V., Lateral Alignment of Epitaxial Quantum Dots, Springer, Berlin, 2007. P. 247-303.

[2] Фалеев, Н.Н., Павлов, К.М., Пунегов, В.И., Егоров, А.Ю., Жуков, А.Е., Ковш, А.Р.,

Михрин, С.С., Устинов, В.М., Tabuchi, M., Takeda, Y., Физика и техника полупроводников, **33**, 1359 (1999).

[3] Пунегов, В.И., Письма в ЖТФ., **34**, 8 (2008).

[4] Пунегов, В.И., Фалеев Н.Н., Письма в ЖЭТФ, **92**, 483 (2010).

[5] Gupta, N.. Alapatt, G. F, Podila, F., Singh, R. and Poole, K.F., International Journal of Photoenergy, **2009**, 13 (2009).

[6] Marent A., Nowozin, T., Geller, M. and Bimberg, D. Semiconductor Science and Technology, **26(1)**, 014026 (2011).

[7] Пунегов, В.И., Сивков Д.В., Кладъко В.П., Письма в ЖТФ, **37**, (2011).

[8] Nenashev, A.V., J. Appl. Phys., **107**, 064322 (2010).

[9] Пунегов, В.И.// Кристаллография, **54**, 423 (2009).

[10] Пунегов В.И., Письма в ЖТФ, **37(15)**, 8 (2011).

[11] Nesterets, Ya.I., Punegov, V.I., Acta Cryst. A, **56**, 540 (2000).

## IRON FILMS GROWN ON VIRTUAL SUBSTRATES WITH METAMORPHIC INALAS BUFFERS

T. Slobodskyy, B. Landgraf, G. Schneider, C. Heyn, W. Hansen

Institute for Applied Physics, University of Hamburg, Jungiusstraße 11, D-20355 Hamburg, Germany

Taras.Slobodskyy@physik.uni-hamburg.de

Modulation-doped high-mobility InAs heterostructures have been proposed for spintronic device concepts, owing to the strong spin-orbit coupling in this material [1,2]. The heterostructures are prepared on molecular beam epitaxy (MBE)-grown virtual substrates strain-engineered to match the lattice constant of the electronically active layers. The virtual substrates contain meta-morphic buffer layers to compensate for the lattice mismatch. Due to a demand for high quality, growth on GaAs substrates is often preferred. Then a 7% lattice mismatch exists between relaxed InAs layers and the substrate and must be released in order to avoid a large amount of threading dislocations in the electronically active regions of the device. Recent developments in the design of meta-morphic buffers have made possible high-quality epitaxial InAs heterostructures [3–8]. However, the mechanisms of strain relax-ation in such buffers are still not clear.

We will present results of investigation of structural properties of step-graded metamorphic  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$  buffer with an additional AlAs/GaAs SL grown on (001) GaAs. The layer stack was investigated using high-resolution X-ray diffraction. We observe that strain between the GaAs substrate and  $\text{In}_{0.75}\text{Al}_{0.25}\text{As}$  layer is relaxed through the AlAs/GaAs SL. Furthermore, strain is also reduced by the activation of dislocation sources at the interfaces of the  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$  metamorphic buffer. We find that periodic sections of the meta-morphic buffer are displaced around surface normal by angles phi and psi. This rotation is associated with elastic strain relaxation, which contributes to the reduction of the defect density at the surface.

We assume that the anisotropic strain and morphology of the  $\text{In}_{0.75}\text{Al}_{0.25}\text{As}$  top-layer will

significantly influence the properties of an electron system residing within InAs layers grown on such virtual substrates.

- [1] S. Datta, B. Das, *Applied Physics Letters* 56 665 (1990).
- [2] A. Cummings, R. Akis, D. Ferry, J. Jacob, T. Matsuyama, U. Merkt, G. Meier, *Journal of Applied Physics* 104 066106 (2008).
- [3] H. Wenzel, P. Crump, A. Pietrzak, X. Wang, G. Erbert, G. Tränkle, *New Journal of Physics* 12 085007 (2010).
- [4] I. Dhifallah, M. Daoudi, A. Bardaoui, N. Ben Sedrine, S. Aloulou, A. Ouerghi, R. Chtourou, *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures* 42 2134 (2010).
- [5] I. Dhifallah, M. Daoudi, A. Bardaoui, B. Eljani, A. Ouerghi, R. Chtourou, *Journal of Luminescence* 131 1007 (2011).
- [6] I. Dhifallah, M. Daoudi, A. Ouerghi, M. Oueslati, R. Chtourou, *Superlattices and Microstructures* 49 519 (2011).
- [7] K. Wang, Y.G. Zhang, Y. Gu, C. Li, H.S.B.Y. Li, Y.Y. Li, *Journal of Infrared and Millimeter Waves* 06 (2009)
- [8] S. Löhr, S. Mendach, T. Vonau, C. Heyn, W. Hansen, *Physical Review B* 67 045309 (2003).

# ОСОБЕННОСТИ ПРЯМОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИИ В ИЗОГНУТОМ КРИСТАЛЛЕ

И.А.Смирнова, Э.В.Суворов

Институт физики твердого тела РАН  
Черноголовка, Мос. обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432, Россия  
irina@issp.ac.ru

В работе исследуется влияние изгиба кристалла на формирование прямого изображения дефектов в секционной топографии. Динамическое рассеяние рентгеновского излучения в кристаллах с постоянным градиентом деформации было исследовано в большом количестве работ и является основой для качественного анализа топографических изображений произвольно искаженных кристаллов. В реальных кристаллах может реализоваться случай, когда на деформационное поле единичного дефекта накладывается макроскопическое упругое поле. Макроскопическое поле может быть специально создано, например упругий изгиб кристалла, неравномерный нагрев кристалла или может быть связано с окружающими дефектами. Такое совместное действие было рассмотрено в небольшом количестве работ, например 1-3. В работе [1] методом секционной топографии рассмотрена дифракция рентгеновского излучения в механически закрученных кристаллах с винтовой дислокацией. Авторы [1] наблюдали, что динамические интерференционные полосы становились асимметричными по отношению к дислокационной линии винтовой дислокации. В работе [2], методом траекторий блоховских волн исследована дифракция в однородно изогнутом кристалле. Теоретический анализ подтвердил асимметрию интерференционных полос по отношению к дислокационной линии, также авторы [2] получили, что прямое изображение дислокации расщеплено по отношению к дислокационной линии. В работе [3] анализируется картина интерференционных полос в ограниченном изогнутом кристалле.

В данной работе представлены экспериментальные секционные изображения винтовых дислокаций под действием макроскопического поля и анализируется прямое изображение дефекта методом численного моделирования дифракционного эксперимента. Для того чтобы более наглядно выявить основные особенности прямого изображения дефекта, в случае кристалла с фиксированной толщиной, необходимо использовать отражения с большой экстинкционной длиной и взять дефект с большей " силой". Поэтому, мы анализировали прямое изображение винтовых дислокаций с большим  $(\mathbf{H}\mathbf{b})$ , и на отражениях высоких порядков.

На рис. 1.а представлена геометрия дифракции. Эксперименты были выполнены на камере Ланга А-3, излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ , размеры фокуса рентгеновской трубы  $30*30 \text{ мкм}^2$ , формирующая щель перед кристаллом 10 мкм.

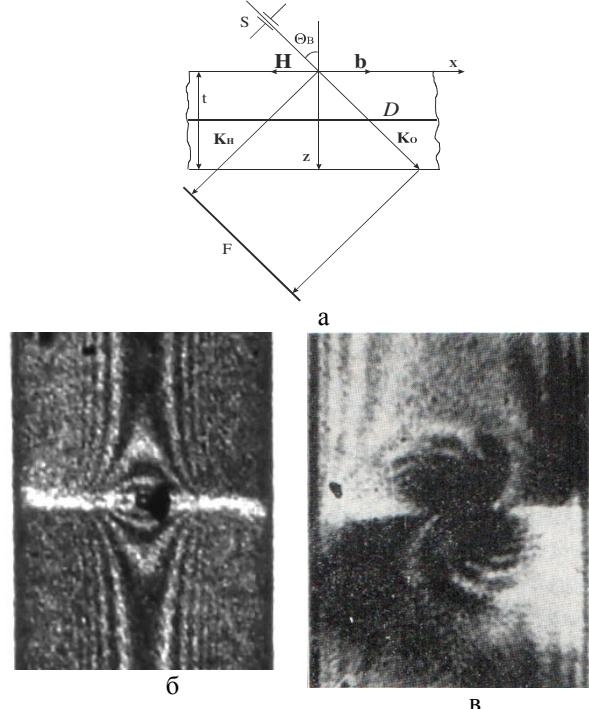


Рис. 1. а) Геометрия дифракции. Фрагменты секционных топограмм б)  $\text{Si}(220)$ ,  $t = 1090 \text{ мкм}$ ,  $(\mathbf{H}\mathbf{b})=-6$ , в)  $\text{Si}(660)$ ,  $t = 412 \text{ мкм}$ ,  $(\mathbf{H}\mathbf{b})=-8$ .

На рис.1б,в представлены экспериментальные топограммы винтовой дислокации, параллельной поверхности кристалла. Дислокации расположены почти в центре кристалла. Вертикальные слегка изогнутые полосы – это интерференционные полосы. В центре яркое пятно, это прямое изображение винтовой дислокации. На рис.1б почти идеальный кристалл с винтовой дислокацией, на рис.1в кристалл под действием макроскопического поля с винтовой дислокацией. На что следует обратить внимание на рис.1в.: в верхней части изображения интерференционные полосы со стороны отраженного пучка имеют меньшую интенсивность (слева направо) по сравнению со стороной проходящего пучка, в нижней части изображения - наоборот. Хорошо видно, что прямое изображение почти центро-симметрично по отношению к дислокационной линии.

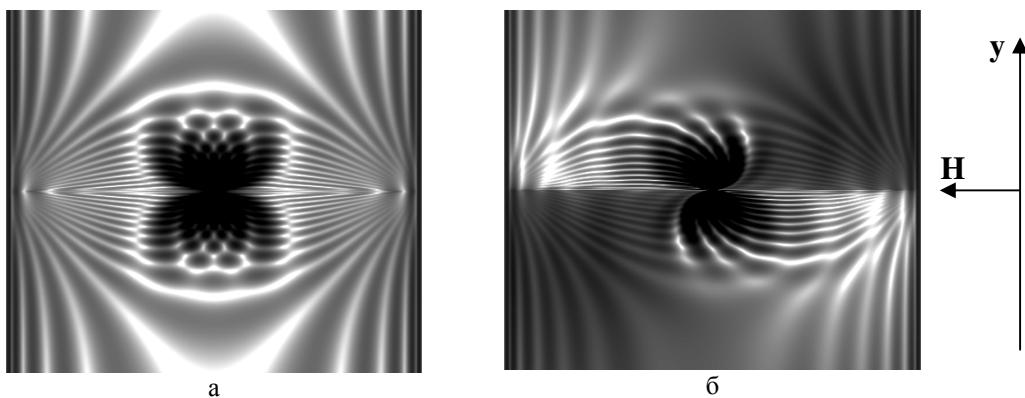


Рис. 2. Численное моделирование винтовой дислокации. Si(660),  $(\mathbf{H}\mathbf{b})=-8$ ,  $t = 412$  мкм,  $z_0 = t/2$ ,  
а)  $R=0$ , б) изгиб кристалла  $R=200$ м.

Рассмотрим для начала прямое изображение винтовой дислокации в идеальном кристалле, в случае симметричной дифракции по Лауз. Винтовая дислокация параллельна поверхности кристалла, так что  $(\mathbf{H}\mathbf{U})=[(\mathbf{H}\mathbf{b})/2\pi] \operatorname{arctg}((z-z_0)/y)$ , где  $\mathbf{H}$  – вектор дифракции,  $\mathbf{b}$  – вектор Бюргерса,  $z_0$  – глубина залегания винтовой дислокации,  $y$  – перпендикулярна плоскости рассеяния. На рис.2а представлено численное моделирование по уравнениям Такаги-Топэна винтовой дислокации, расположенной на глубине кристалла  $z_0 = t/2$ , излучение MoK $_{\alpha 1}$ , коэффициент поглощения  $R = \mu t / \cos \theta = 0.51$  и отражение Si(660), экстинкционная длина  $t = 88.6$  мкм. На рис.2а видно, что прямое изображение и интерференционные полосы зеркально симметричны относительно дислокационной линии.

Теперь пусть дислокация находится в упругом макроскопическом деформационном поле. Дифракция рентгеновской волны зависит только от компоненты вектора смещения атомов вдоль вектора дифракции. В симметричной дифракции такой компонентой является  $U_x$ . Рассмотрим изгибную деформацию, будем считать, что  $U_x$  зависит только от  $z$ . Пусть деформация описывается, как изгиб атомных плоскостей по параболическому закону:  $U_x(0, 0, z) = -(z-t/2)^2/2R$ , где  $R$  – радиус изгиба кристалла. Формула записана таким образом, что смещение отсчитывается от его значения на середине толщины кристалла. Результат численного моделирования представлен на рисунке 2б. Хорошо видно, что прямое изображение винтовой дислокации теперь центро-симметрично (за исключением полосы вдоль следа дислокационной линии). Или другими словами прямое изображение дислокации расщеплено (смещено) по отношению к дислокационной линии. Со стороны  $y>0$ , прямое изображение смещено в сторону отраженного пучка, при  $y<0$  в сторону падающего. Теперь рассмотрим положение и интенсивность интерференционных полос, при  $y>0$  полосы имеют меньшую интенсивность со стороны отраженного пучка и их интенсивность растет от отраженного к проходящему, при  $y<0$

наоборот. Т.о. численное моделирование изображения передает основные детали экспериментальной секционной топограммы на рис. 1в.

Качественный анализ изображения можно сделать из рассмотрения траекторий лучей в кристалле. Направление потока энергии совпадает с касательной к траектории. Пусть сначала кристалл находится в точном брэгговском положении, и  $y>0$ . На входной поверхности ( $z=0$ ), для слабопоглащающей волны траектории сначала почти параллельны падающему пучку. Затем они изгибаются в сторону отраженного пучка на такой глубине, где выполняется условие для динамической дифракции. На выходе из кристалла они почти параллельны отраженному пучку. Для сильно поглащающей волны все наоборот, но ее амплитуда мала. Т. е. отражение идет через слабопоглащающую волну и изображение смещено в сторону отраженного пучка.

Дальнейший численный анализ показал, во-первых, что при изменении знака радиуса изгиба прямое изображение винтовой дислокации также центро-симметрично, но при  $y>0$  смещено в сторону падающего пучка. Во-вторых, если изменять глубину залегания дислокации, то интерференционные полосы становятся асимметричными по отношению к дислокационной линии, при этом расщепление прямого изображения винтовой дислокации сохраняется.

Таким образом, в работе исследовано влияние изгиба кристалла на формирование прямого изображения дефектов в секционной топографии. Экспериментально и численным моделированием дифракционного эксперимента наблюдается эффект асимметрии в картине интерференционных полос и расщепление прямого изображения винтовой дислокации по отношению к линии дислокации.

[1] Кушнир В.И., Суворов Э.В., Мухин К.Ю. ФТТ, т.22, в.7, 2135-2143, (1980).

[2] Chukhovskii F. N., Petrashen P.V. Acta Cryst., A44, 8-14, (1988).

[3] Tomoe Fukamachi, Masahiko Tohyama et al. Acta Cryst. A66, 421–426, (2010).

# ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА ТОПОГРАФИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ

В.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия

E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

## **Введение и постановка задачи**

Топографические методы относятся к не-разрушающим и высокоразрешающим методам диагностики структурного совершенства монокристаллических материалов. Топографический метод, основанный на эффекте Бормана (метод РТБ), показал хорошие результаты при исследовании малодислокационных и бездислокационных материалов [1].

В методе РТБ контраст, формируемый дефектами структуры различного типа, имеет вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых зависит от типа дефекта и его расположения в объеме монокристалла, а размеры от розеток – от типа исследуемого монокристалла.

Расшифровка топографического контраста проводится визуально и затруднена действием ряда зашумляющих факторов, основными из которых являются фоновая неоднородность и зернистость. Для топографических изображений существенным является зернистость фотоэмульсии, на фоне которой не выявляются дефекты с размерами, соизмеримыми с размерами зерна фотоэмульсии и меньше. Применение различных фотографических приемов устранения зашумляющих факторов не приводит к желаемому результату, а сам процесс трудоемок и малоэффективен.

Перспективно применение для повышения качества исследуемого контраста, устранения зашумляющих факторов и надежности идентификации дефектов структуры современных компьютерных технологий, в основе которых лежит цифровая обработка топографических изображений [2].

Цифровая обработка может быть основана как на анализе яркостных характеристик топографического контраста, так и его частотных характеристик при использовании, например, Фурье- и вейвлет-анализа.

## **Цифровая обработка на основе анализа яркостных характеристик**

Наибольшей эффективностью устранения зернистости обладает метод на основе фильтра с рекурсивным накоплением. Принцип действия фильтра основан на распознавании в изображении областей сигнала и шума по отличию их средних значений, что позволяет провести уси-

ление сигнала и ослабление шума путём рекурсивного накопления с различными весовыми коэффициентами для сигнала и шума. Пример обработки топограммы таким фильтром представлен на рис. 1.

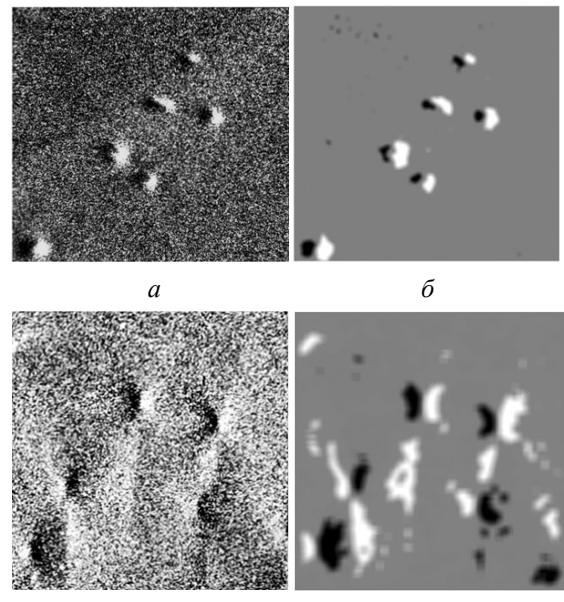


Рис. 1. Исходное (а, в) и обработанные фильтром (б, г) топографические изображения монокристалла 6H-SiC, содержащие дефекты структуры: винтовые (а) и краевые (в) дислокации

Результат устранения фоновой неоднородности методом, основанным на оценке среднего значения фона в различных областях изображения и вычитании его из исходного изображения с помощью фильтрации, представлен на рис. 2. Это метод основан на оценке среднего значения фона в различных областях изображения и вычитании его из исходного изображения. Оценка фона проводится с помощью фильтрации.

Сопоставление обработанных изображений дефектов структуры с теоретически рассчитанными по модифицированным уравнениям Инденбома-Чамрова показывает, что при цифровой обработке методами, основанными на анализе яркостных характеристик, теряется ряд низкочастотных особенностей экспериментального контраста (лепестков розеток интенсивности), а обработанный контраст визуально воспринимается как бинарный. Тем не менее, циф-

ровая обработка сохраняет все основные особенности контраста, формируемого дефектами различного типа, упрощает его расшифровку и повышает надежность идентификации дефектов структуры.

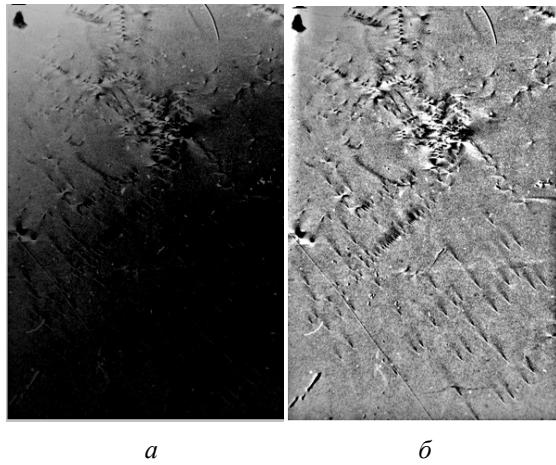


Рис. 2. Топографическое изображение монокристалла 6H-SiC: исходные (а) и обработанные методом, основанным на оценке среднего значения фона в различных областях изображения и вычитании его из исходного изображения с помощью фильтрации (б)

#### Цифровая обработка на основе дискретного вейвлет-анализа

Известно, что наиболее полная информация об исследуемом сигнале может находиться в его частотной области.

Дискретный вейвлет-анализ является, как и широко применяемый на практике Фурье-анализ, разновидностью частотного анализа сложных сигналов, к которым относится топографический контраст. Экспериментальные исследования показали заметное преимущество вейвлет-анализа по сравнению с Фурье-анализом [2].

В основе дискретного вейвлет-анализа лежит декомпозиция исследуемого контраста на определенное число уровней, зависящее от его размера. В результате декомпозиции получаются два вида коэффициентов, характеризующих частотный спектр изображения: масштабные коэффициенты содержат низкочастотные особенности, а детальные (диагональные, вертикальные и горизонтальные) – высокочастотные особенности. Подбирая оптимальную полосу пропускания фильтрации и обнуляя коэффициенты, относящиеся к зашумляющим факторам, можно при реконструкции (восстановлении) получить контраст, содержащий очищенные от шума изображения дефектов структуры.

По сравнению с методами, основанными на анализе яркостных характеристик, дискретный вейвлет-анализ позволяет сохранить низкочастотные особенности экспериментального контраста и повысить надежность идентификации дефекта и его расположения в объеме мо-

нокристалла.

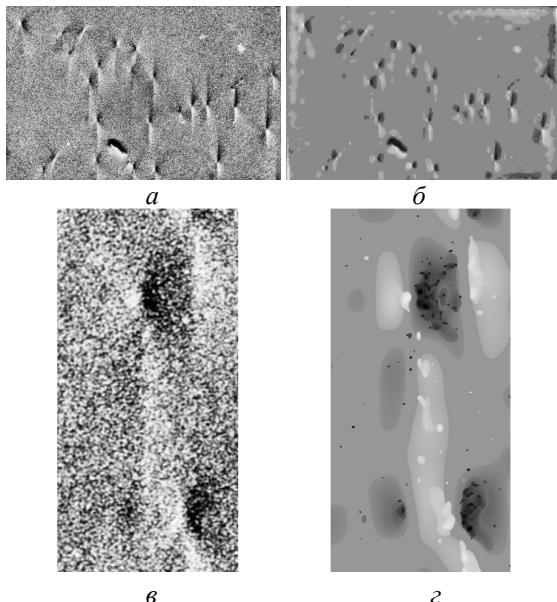


Рис. 3. Результат вейвлет-обработки топограммы монокристалла 6H-SiC (а), содержащей скопления краевых дислокаций, и ее фрагмента (б): а и в – исходные; б и г – после цифровой обработки вейвлетом sum8

Лучшая детализация изображения дефектов структуры достигается при его перемасштабировании (рис. 3, в, г) и представлении экспериментального контраста в 16- или 32-битном (HDR-изображения) формате. Время обработки при этом практически не увеличивается, а эффект от цифровой обработки изображений с расширенным динамическим диапазоном проявляется сильно (рис. 4).

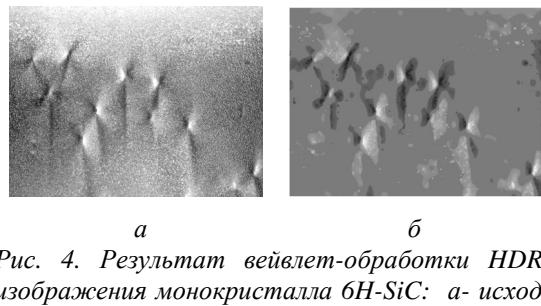


Рис. 4. Результат вейвлет-обработки HDR-изображения монокристалла 6H-SiC: а - исходное; б – после обработки вейвлетом sum8

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

#### Литература

1. Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Ткаль В.А. Рентгеновская топография на основе эффекта Бормана. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 341 с.
2. Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 385 с.

# КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ: ТЕОРИЯ И ЭКСПЕРИМЕНТ

В.А. Ткаль, А.В. Шараева, И.А. Жуковская

Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета  
172025, Великий Новгород, ул. Кочетова, д. 29, корп. 3, Россия  
E-mail: [Valery.Tkal@yandex.ru](mailto:Valery.Tkal@yandex.ru)

## Введение и постановка задачи

Идентификация дефектов структуры монокристаллов, качество анализируемого экспериментального контраста, формируемого ими, эффективность цифровой обработки на практике проводится чисто визуально и в значительной степени зависит от квалификации специалиста, остроты его зрения и опыта. Таким образом, визуальная оценка несет в себе элемент субъективизма. Несколько специалистов, анализируя один и тот же контраст, могут по-разному его интерпретировать и, соответственно, идентифицировать дефекты. Проблемы могут возникнуть при выборе метода цифровой обработки и оценке ее результатов, а также при выборе оптимального вейвлет-базиса. Это обусловлено тем, что различные цифровые методы обработки и вейвлет-базисы могут давать близкие по качеству, но неразличимые визуально обработанные изображения, и реально содержать при этом различия, связанные с регистрацией «тонких» особенностей экспериментального контраста.

Главной задачей цифровой обработки является повышение качества и максимальное выявление особенностей экспериментального контраста, формируемого дефектами структуры различного типа, при минимальной потере и искажении полезной информации.

Для уменьшения влияния субъективного фактора необходимо выбрать простые количественные критерии, позволяющие объективно оценить качество и эффективность цифровой обработки, различие или идентичность анализируемых изображений [1].

Для характеристики качества изображения необходимо ввести некоторые критерии, чтобы уйти от субъективности. Зачастую, давая оценку качества, мы сравниваем обработанное изображение с оригиналом или тестовым объектом, в качестве которого в нашем случае могут быть взяты рассчитанные теоретические изображения дефектов структуры.

Все существующие на сегодня методики можно разделить на две большие группы: субъективные и объективные.

Субъективные методики используют для количественной оценки качества изображений зрительную систему человека. Наиболее эффективный метод субъективной оценки – средняя оценка наблюдателей.

К объективным методикам измерений относятся математические модели, удачно моде-

лирующие результаты субъективной оценки качества и основанные на критериях и метриках, которые могут быть измерены объективно.

Объективная метрика не учитывает особенности человеческого восприятия и классифицируется по трем категориям:

- полные референсные методы;
- сокращенные референсные методы;
- нереференсные методы.

Объективные методы требуют для определения параметров обработки повторения тестов, проводящихся с обработанным сигналом, а это уменьшает скорость обработки, усложняет методы и делает их менее практическими для реализации в коммерческих приложениях. Поэтому, большинство исследований направлено на поиск новых методов объективной оценки качества, которые позволяют предсказывать воспринимаемый уровень качества перед кодированием.

В данной работе рассматриваются следующие объективные методики измерения качества изображений: MSE, PSNR, SSIM и анализ яркостных характеристик.

## Среднеквадратичное отклонение (MSE)

Среднеквадратичное отклонение или стандартное отклонение (анг. Mean Squared Error) – статистический показатель рассеивания значений случайной величины относительно ее математического ожидания. Данная величина безразмерна и равна среднему квадратов ошибок (разностей интенсивности соответствующих пикселей) двух изображений: оригинального X и обработанного Y. Расчет MSE проводится по формуле:

$$MSE = \frac{1}{mn} \sum_{i=1, j=1}^{m, n} (x_{i,j} - y_{i,j})^2$$

где  $m$  – высота изображения в пикселях;  $n$  – ширина изображения в пикселях;  $mn$  – полное число пикселей в изображении;  $x_{i,j}$  и  $y_{i,j}$  – значения интенсивности соответствующих пикселей изображений X и Y.

Чем меньше значение MSE, тем ближе по качеству сравниваемые изображения.

## Пиковое отношение сигнала к шуму (PSNR)

Наиболее традиционным методом измерения качества системы обработки цифровых сигналов является измерение отношения сигнала к шуму и пикового отношения сигнала к шуму между исходным сигналом и сигналом на выхо-

де системы (PSNR). Это одна из метрик объективного качества видео, автоматически вычисляемая компьютерной программой. Однако низкое значение PSNR не всегда гарантирует хорошее качество из-за того, что зрительная система человека обладает нелинейным поведением. Существуют более сложные и точные метрики, например, VQM и SSIM [2].

Пиковое отношение сигнал/шум – инженерный термин, означающий соотношение между максимумом возможного значения сигнала и мощностью шума, искажающего значения сигнала. Поскольку многие сигналы имеют широкий динамический диапазон, PSNR обычно измеряется по логарифмической шкале в децибелах.

Эта методика наиболее часто используется для измерения уровня искажений при сжатии изображений. Для монохромных изображений PSNR рассчитывается по следующей формуле:

$$PSNR = 10 \lg \frac{M^2}{MSE}$$

где  $M$  – максимально возможное значение интенсивности, принимаемое пикселям изображения;  $MSE$  – среднеквадратичное отклонение.

Если значения сигнала представлены линейно с количеством бит на одно значение, равным  $B$ , то максимально возможное значение интенсивности пикселя можно рассчитать по следующей формуле:

$$M = 2^B - 1$$

Таким образом, для 8-битных изображений  $M=255$ .

PSNR, так же как и MSE, не имеет абсолютного значения. Величина пикового отношения сигнал/шум используется только для сравнения различных методик реставрации сигналов и для изучения влияния различных параметров на производительность того или иного алгоритма. Обычно величина PSNR варьируется в пределах от 20 до 40. Чем ближе обработанное изображение к оригинальному, тем выше значение данной метрики. Высокое значение PSNR означает только определенную схожесть обработанного и исходного изображений, однако оно не дает гарантии, что человеку восстановленное изображение покажется качественным.

### Показатель структурного сходства SSIM

Показатель структурного сходства SSIM (англ. structural similarity index) – методика измерения сходства двух изображений [3]. Это полная референсная метрика. Для измерения качества обработанного изображения необходимо наличие исходного, не зашумленного изображения. Данная методика была разработана как замена метрик MSE и PSNR, не учитывающих особенности человеческого восприятия.

Расчет показателя структурного сходства в отличие от MSE и PSNR основан не на попик-

сельном сравнении изображений, а на сравнении блоков пикселей определенного размера, как правило, блоки  $8\times 8$  пикселей. Сравнение происходит по трем компонентам:

- сходности по яркости;
- по контрасту;
- структурному сходству.

Далее значения объединяются в итоговый результат. Принцип измерения показателя структурного сходства представлен на рис. 1.

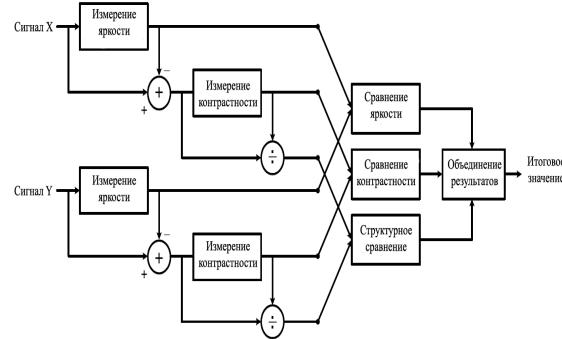


Рис. 1. Схема измерения показателя структурного сходства

Итоговое значение показателя структурного сходства представляет собой функцию яркости, контрастности и структурной похожести:

$$SSIM(x, y) = f(l(x, y), c(x, y), s(x, y)),$$

где  $S(x, y)$  – показатель структурного сходства;  $l(x, y)$  – показатель сравнения яркости (интенсивности);  $c(x, y)$  – показатель сравнения контрастности;  $s(x, y)$  – показатель структурного сравнения.

Первоначально вычисляется средняя интенсивность изображения:

$$\mu_x = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i,$$

где  $N$  – общее число пикселей в изображении;  $x_i$  – значение интенсивности  $i$  пикселя.

Значение контрастности вычисляется по формуле:

$$\sigma_x = \left( \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu_x)^2 \right)^{\frac{1}{2}}$$

Показатель сравнения интенсивности двух изображений рассчитывается по следующей формуле:

$$l(x, y) = \frac{2\mu_x\mu_y + C_1}{\mu_x^2 + \mu_y^2 + C_1},$$

где  $\mu_x$  и  $\mu_y$  – значения средней интенсивности изображений X и Y соответственно;  $C_1$  – константа, необходимая для исключения ошибок, при значении  $\mu_x^2 + \mu_y^2$  близком к нулю.

Показатель сравнения контрастности двух изображений находится по формуле:

$$c(x, y) = \frac{2\sigma_x\sigma_y + C_2}{\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + C_2},$$

где  $\sigma_x$  и  $\sigma_y$  – значение контрастности изображений X и Y соответственно;  $C_2$  – константа, необ-

ходимая для исключения ошибок, при значении  $\sigma_x^2 + \sigma_y^2$  близком к нулю.

Значение показателя структурного сравнения рассчитывается по формуле:

$$s(x, y) = \frac{\sigma_{xy} + C_3}{\sigma_x \sigma_y + C_3},$$

где:

$$\sigma_{xy} = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu_x)(y_i - \mu_y).$$

Выполнив соответствующие подстановки, получаем формулу для вычисления показателя структурного сходства:

$$SSIM(x, y) = \frac{(2\mu_x\mu_y + C_1)(2\sigma_{xy} + C_2)}{(\mu_x^2 + \mu_y^2 + C_1)(\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + C_2)}.$$

Значения констант  $C_1$  и  $C_2$  вычисляем по формулам:

$$C_1 = (K_1 L)^2, C_2 = (K_2 L)^2,$$

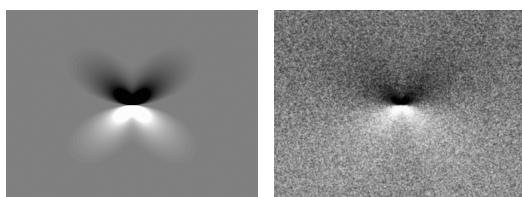
где  $K_1$  и  $K_2$  – константы равные 0,01 и 0,03 соответственно;  $L$  – максимальное возможное значение, принимаемое пикселям (для 8-битных изображений  $L=255$ ).

Результат измерения SSIM располагается в диапазоне от минус 1 до плюс 1, где  $SSIM=1$  означает, что изображения идентичны.

### Применение метрик MSE, PSNR и SSIM для оценки качества восстановления зашумленного изображения

Оценим качество реставрации зашумленного изображения с помощью метрик PSNR, MSE и SSIM, используя в качестве примера теоретическое и теоретическое зашумленное изображения дефектов структуры. Реставрация изображения проводилась при помощи вейвлет-преобразований.

На рис. 2 представлены исходное не зашумленное и зашумленное теоретическое изображение краевой дислокации, рассчитанные для 6H-SiC по методике, изложенной в работах [1, 4].



*a*

*b*

Рис. 2 Теоретическое изображение краевой дислокации в монокристалле 6H-SiC: *a* – не зашумленное, *b* – зашумленное

Восстановим зашумленное изображение с помощью различных вейвлет-базисов: вейвлетов Dmey и Sym8 с опорной областью 480x90, полоса была ограничена снизу и сверху уровнями 8–3. Результаты вейвлет-обработки зашумленного изображения вейвлетами Dmey и Sym8 представлены в таблице 1.

Результаты вычислений метрик MSE, PSNR и SSIM представлены в таблице 2, из которой видно, что метрика MSE принимает минимальное значение 73,028 при сравнении исходного изображения и изображения, обработанного вейвлетом Sym8 summa (3-8), при этом значение метрики PSNR достигает максимума (29,4959) при сравнении той же пары изображений. Можно сделать вывод: основываясь на метриках MSE и PSNR, наиболее качественный результат восстановления зашумленного изображения достигается при помощи вейвлета Sym8 summa (3-8). Для визуальной (субъективной) оценки качества цифровой обработки на рис. 3 представлены исходное (*a*) и обработанное данным вейвлетом зашумленное изображение (*b*).

Таблица 1  
Результат вейвлет-обработки зашумленного изображения

$L_1$	Dmey summa	Dmey overlay	Sym8 summa	Sym8 overlay
3				
4				
5				
6				
7				
8				

Таблица 2  
Результаты вычисления метрик MSE, PSNR и SSIM для восстановленных изображений

Обработанное изображение	MSE	PSNR	SSIM
Dmey summa (3-4)	262,6938	23,9363	0,9401
Dmey summa (3-5)	194,9144	25,2324	0,9447
Dmey summa (3-6)	111,6201	27,6534	0,9540
Dmey summa (3-7)	80,5342	29,0710	0,9571
Dmey summa (3-8)	88,1790	28,6772	0,9567
Dmey overlay (3-4)	176,2482	25,6696	0,9379
Dmey overlay (3-5)	120,8628	27,3079	0,9344
Dmey overlay (3-6)	128,1268	27,0544	0,9441
Dmey overlay (3-7)	137,4368	26,7498	0,9452
Dmey overlay (3-8)	146,1950	26,4815	0,9405
Sym8 summa (3-4)	192,1072	25,2954	0,9340
Sym8 summa (3-5)	182,1101	25,5275	0,9448
Sym8 summa (3-6)	209,6032	24,9168	0,9477
Sym8 summa (3-7)	95,2864	28,3405	0,9542
Sym8 summa (3-8)	73,0280	29,4959	0,9567
Sym8 overlay (3-4)	142,3848	26,5962	0,9276
Sym8 overlay (3-5)	103,5984	27,9773	0,9291
Sym8 overlay (3-6)	113,7682	27,5706	0,9376
Sym8 overlay (3-7)	119,0258	27,3744	0,9395
Sym8 overlay (3-8)	136,9708	26,7645	0,9372

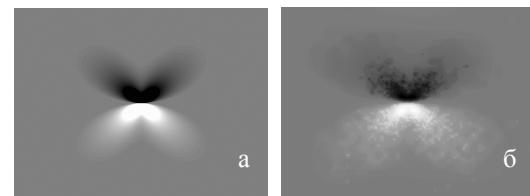
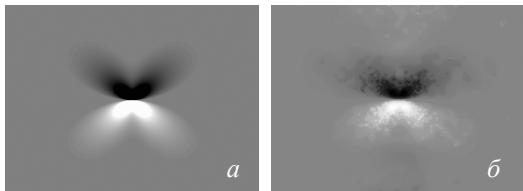


Рис. 3. Результат обработки: исходное изображение, *b* – восстановленное вейвлетом Sym8 summa (3-8) изображение краевой дислокации

### монокристалла 6H-SiC

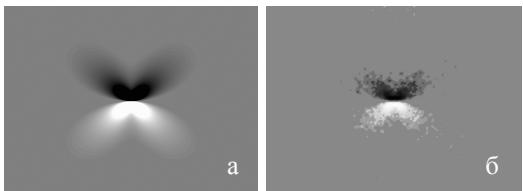
С другой стороны, метрика SSIM оказалась максимальной (0,9571) для изображения, восстановленного при помощи вейвлета Dmey summa (3-7). На рис. 4 представлены для визуальной оценки качества восстановления исходное и обработанное вейвлетом Dmey зашумленное изображение.



*Рис. 4. Результат обработки: исходное изображение, б – восстановленное вейвлетом Dmey summa (3-7) изображение краевой дислокации монокристалла 6H-SiC*

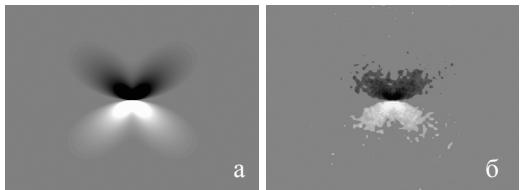
Такой результат вызван особенностю самого алгоритма SSIM, поскольку он, в отличие от MSE и PSNR, учитывает наряду с яркостной характеристикой еще контрастную и структурную схожесть изображений.

Для восстановленного вейвлетом Dmey summa (3-4) изображения (рис. 5) метрика MSE принимает максимальное значение 262,6938, PSNR – минимально значение 23,9363.



*Рис. 5. Результат обработки: исходное изображение, б – восстановленное вейвлетом Dmey summa (3-4) изображение краевой дислокации монокристалла 6H-SiC*

Для восстановленного вейвлетом Sym8 overlay (3-4) изображения (рис. 6) значение SSIM принимает минимальное значение – 0,9276. Это также связано с тем, что алгоритм расчета структурной похожести SSIM учитывает яркостную, контрастную и структурную похожесть изображенной, в то время, как MSE и PSNR при вычислении используют только значение интенсивности (яркости) каждого отдельного пикселя. На рис. 6 представлены исходное и обработанное вейвлетом Sym8 overlay (3-4) зашумленное изображение.



*6. Результат обработки: исходное изображение, б – восстановленное вейвлетом Sym8 overlay (3-4) изображение краевой дислокации монокристалла 6H-SiC*

lay (3-4) изображение краевой дислокации монокристалла 6H-SiC

Из представленных выше рисунков 2–6 визуально (субъективно) оценить качество восстановления изображения очень сложно. Однако метрики оценки качества четко показывают наиболее и наименее качественные восстановленные изображения.

В ходе проведенных исследований установлено, что методика оценки качества по структурной схожести изображений SSIM является более перспективной по сравнению с PSNR и MSE. Причиной тому служит особенность самой метрики SSIM, при расчете которой учитываются яркостные, контрастные и структурные особенности сравниваемых изображений.

### Количественная оценка эффективности цифровой обработки изображений по их яркостным характеристикам

Рассмотрим другой подход количественной оценки качества цифровой обработки, основанный на анализе яркостных характеристик анализируемого контраста и построении яркостных характеристик (ЯХ), профилей интенсивности (ПИ) и разностного контраста (РК). Этот подход является наиболее простым, экспрессивным и легко технически реализуемым на практике [1, 5].

Применим к теоретическому контрасту (незашумленному и зашумленному) цифровую обработку с использованием вейвлета Симлета с масштабом функции 8 (sym8) и вейвлета Мейера (dmeye). Сравним результаты цифровой обработки для следующих типов дефектов в монокристаллическом 6H-SiC:

- для краевой дислокации (дислокация системы скольжения  $\{1\bar{1}00\} <1\bar{1}\bar{2}0>_{\text{c}}$  учётом поля поверхности релаксации) (рис. 7);

- правовинтовой дислокации (дислокация имеет ось [0001] и вектор Бюргерса, равный высоте элементарной ячейки С ) (рис. 8);

- когерентного включения типа «вакансии» (случай расположения микродефекта на глубине  $z=0$  мкм от поверхности кристалла, радиус включения сферической формы  $r_0=10$  мкм,  $\varepsilon=-1 \cdot 10^{-4}$ ) (рис. 9).

Из рис. 7–9 видно, что вейвлет-обработкой теоретического контраста эффективно устраняется зашумляющий фактор.

Полученные после обработки изображения хорошо соответствуют их незашумлённым аналогам, сохраняются все особенности и детали контраста, присущие незашумлённым теоретическим топограммам. Вейвлет-обработка практически не привносит искажений в НЧ детали изображений и может быть использована для устранения зернистости. Такой вывод подтверждается и данными работы [1].

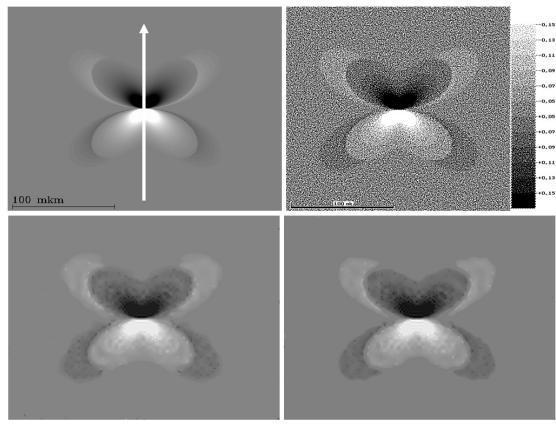


Рис.7. Результат вейвлет-обработки теоретического контраста краевой дислокации с моделированной зернистостью для монокристалла 6H-SiC

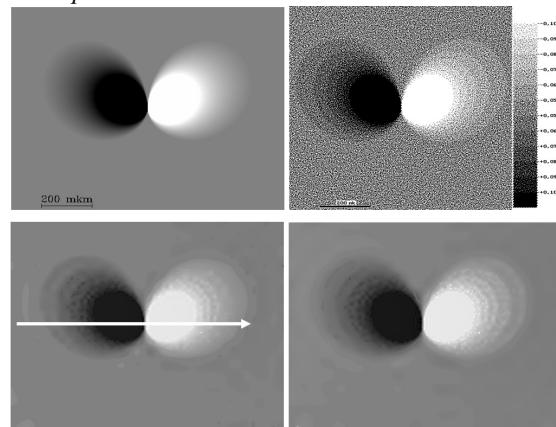


Рис.8. Результат вейвлет-обработки теоретического контраста винтовой дислокации с моделированной зернистостью для монокристалла 6H-SiC

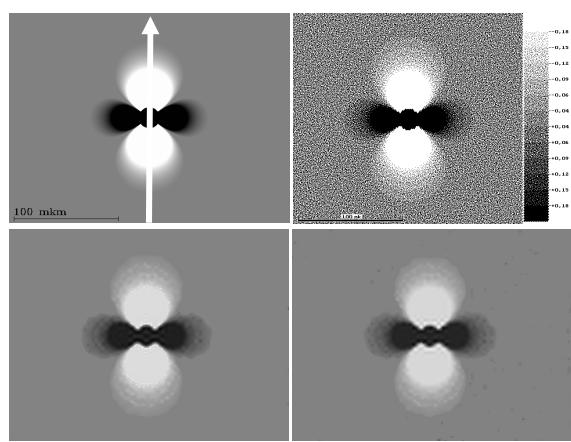


Рис.9. Результат вейвлет-обработки теоретического контраста микродефекта с моделированной зернистостью для монокристалла 6H-SiC

Продемонстрируем предлагаемую в данном параграфе методику количественной оценки эффективности цифровой обработки на различных примерах и начнем с теоретического

контраста основных типов дефектов структуры монокристалла 6H-SiC, имеющего 64 градации серого цвета, представленного на рис. 7–9. На теоретическом контрасте смоделирована зернистость и проведена цифровая обработка вейвлетами **sym 8** и **dmeuy**. Такой же результат цифровой обработки получается и в случае, если на смоделированную зернистость наложить еще и фоновую неоднородность.

На рис. 10 представлены снятые в программе «Image-Pro Plus 6.0» профили интенсивности (ПИ), представляющие собой изменение интенсивности в направлении, указанном на рис. 7–9 стрелками, и яркостные характеристики (ЯХ), представляющие собой гистограмму анализируемого изображения, в качестве примера для исходного (*a, г*) и обработанного вейвлетами **sym 8** (*b, д*) и **dmeuy** (*c, е*) теоретического изображения винтовой дислокации.

Для ПИ по оси ординат отложена интенсивность в градациях серого цвета, изменяющаяся для 8-битных изображений в интервале 0–255, а по оси абсцисс – расстояние в пикселях. Для ЯХ по оси абсцисс отложена интенсивность (I) в градациях серого цвета (0–255), а по оси ординат – количество пикселей (N), имеющих определенную интенсивность.

Сравнив для исходного и обработанного теоретического контраста ПИ, получаем, что в случае обработки вейвлетом **dmeuy** наблюдается несколько большая флюктуация интенсивности, чем для вейвлета **sym 8**. Но это различие не столь значительно, чтобы уверенно говорить о преимуществе того или иного вейвлет-базиса.

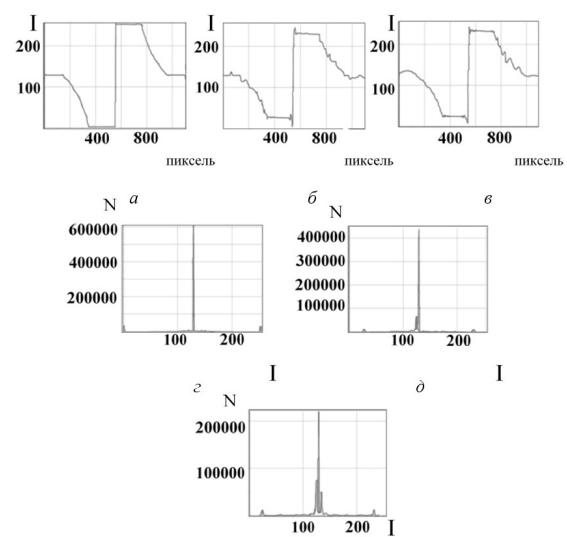


Рис. 10. Профили интенсивности (*a, б, в*) и яркостные характеристики (*г, д, е*) исходного (*а, г*) и подвергнутого цифровой обработке вейвлетами **sym 8** (*б, д*) и **dmeuy** (*в, е*) зашумленного теоретического изображения винтовой дислокации

Если сравнивать максимумы ЯХ исходного теоретического контраста – 600000 и обработанных различными вейвлетами, то различие налицо: для **sym 8** – 450000 и **dmeuy** – 200000.

Значение максимума ЯХ для вейвлета **sym 8** ближе к исходному, следовательно, он и является наиболее оптимальным. Таким образом, количественным критерием эффективности цифровой обработки, основанной на дискретном вейвлет-анализе, можно использовать ЯХ. Очевидно, чем ближе «зашумленное» изображение, обработанное различными вейвлет-базисами, к исходному теоретическому, тем выше качество цифровой обработки.

Построим разностный контраст между обработанными и исходным изображениями, рис. 11.

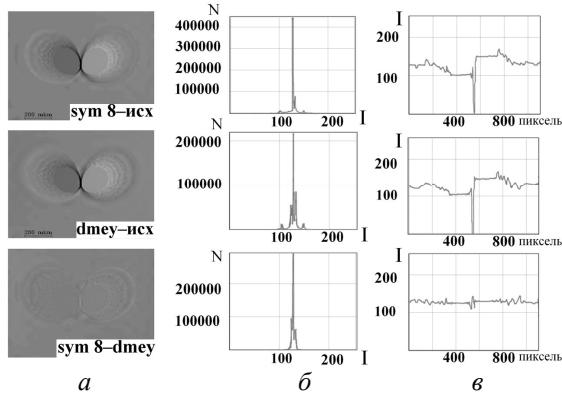


Рис. 11. Разностный контраст между двумя изображениями «sym 8-исходное», «dmev-исходное» и «sym 8-dmev» (а), ЯХ (б) и ПИ (в)

Если после вейвлет-обработки «зашумленный» контраст полностью (идеально) соответствует теоретическому, то разностный контраст (РК) представляет собой однородный по всей площади изображения фон – нулевой разностный контраст. Анализируя РК для «sym 8-исходное», «dmev-исходное» и «sym 8-dmev» видим, что он не является нулевым. Визуальное сравнение РК и анализ построенных ПИ для РК «sym 8-исходное» и «dmev-исходное» не позволяет отдать преимущество какому-либо вейвлет-базису (рис. 11, а, в). Что касается ЯХ, то для них наблюдается резкое различие, соответственно, для «sym 8-исходное» – 400000 и «dmev-исходное» – 200000. Разностный контраст для «sym 8-dmev», несмотря на визуальную схожесть, не является нулевым. Следовательно, результат цифровой обработки различными вейвлет-базисами различен. При таком представлении анализируемого контраста наиболее оптимальным является вейвлет **sym 8**.

При анализе данных, представленных на рис. 11, ошибочно напрашивается другой вывод. Раз ЯХ для РК «dmev-исходное» имеют меньшее значение – 200000, чем для «sym 8-исходное» – 400000, то можно предположить, что, наоборот, обработка вейвлетом **dmev** является предпочтительной.

Построим нулевые разностные контрасты для исходного и обработанных изображений, т.е. «исходное–исходное», «sym 8-sym 8» и «dmev-dmev», представленные на рис. 12. РК представляет собой изображения с однородным

по всей площади фоном. ПИ имеют вид прямых линий, параллельных оси абсцисс. Максимум ЯХ для всех случаев имеет одинаковое значение – 900000. Исходя из этого, следует, чем ближе значение максимума ЯХ разностного контраста к максимуму ЯХ нулевого РК, тем выше эффективность и качество цифровой обработки тем или иным вейвлет-базисом. В нашем случае это значение выше для вейвлета **sym 8**, следовательно, он и является наиболее оптимальным.

Аналогичный результат получается и при использовании в качестве тестового объекта теоретического контраста краевой дислокации и микродефекта.

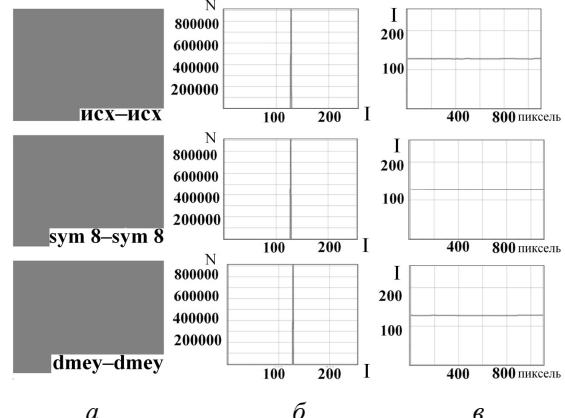


Рис. 12. Нулевой разностный контраст между двумя изображениями «исходное–исходное», «sym 8-sym 8» и «dmev-dmev» (а), ЯХ (б) и ПИ (в)

Проверим результат, полученный на тестовом объекте на экспериментальном изображении – фрагменте топограммы монокристалла 6H-SiC, содержащем скопление краевых дислокаций, рис. 13.

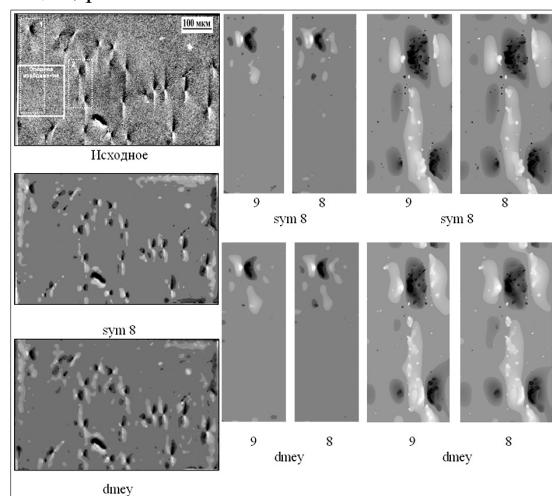


Рис. 13. Фрагмент топограммы монокристалла 6H-SiC, содержащей скопление краевых дислокаций, и результат цифровой обработки различными вейвлет-базисами (sym 8 и dmev) фрагмента (слева) и областей 1 и 2, выделенных на исходном изображении, для 8 и 9 уровней декомпозиции (справа)

Результат цифровой обработки по методи-

ке, описанной выше, представлен на рис. 14.

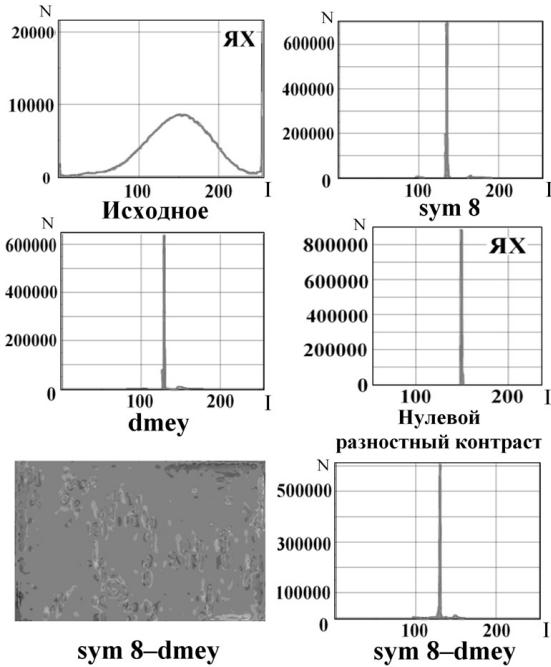


Рис. 14. Пример количественной оценки эффективности цифровой обработки экспериментального топографического контраста монокристалла 6Н-SiC, содержащего скопление краевых дислокаций, различными вейвлет-базисами

И в этом случае для экспериментального контраста был получен аналогичный результат. Максимум ЯХ в случае обработки топограммы вейвлетом **sym 8** выше, чем для вейвлет-базиса **dmeuy**, соответственно, примерно 700000 и 640000. Разностный контраст «**sym 8-dmeuy**» не является нулевым. Следовательно, и для экспериментального контраста мы получили результат, аналогичный тестовым изображениям.

Данная методика была успешно апробирована на поляризационно-оптических изображениях дефектов структуры монокристалла 6Н-SiC, имеющих сильную фоновую неоднородность и подвергнутых цифровой обработке различными вейвлетами, а также для сравнения эффективности различных цифровых методов, изображений, представленных в 8-, 16- и 32-битном формате и т.д.

## Выводы

В ходе проведенных исследований установлено, что применение на практике методик количественной оценки качества экспериментальных топографических и поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов позволяет существенно снизить субъективный фактор, основанный на визуальном восприятии анализируемого контраста, и в большей степени избежать ошибок при идентификации дефектов и их локализации в объеме монокристалла.

Методика оценки качества SSIM (по

структурной схожести изображений) является более перспективной по сравнению с MSE и PSNR (соответственно, вычисление среднеквадратичного отклонения и пикового отношение сигнала к шуму). Причиной тому служит особенность самой метрики SSIM, при расчете которой учитываются яркостные, контрастные и структурные особенности сравниваемых изображений.

Наиболее простой, эффективной, и экспрессной является методика количественной оценки качества изображений, основанная на построение РК, ЯХ и ПИ. Всю необходимую для анализа информацию можно получить в специализированной программе «Image-Pro Plus 6.0» в течение нескольких минут. Методика апробирована при сравнении большого количества разнообразных изображений и показала высокую эффективность, чувствительность и экспрессность.

Анализ полученных при вейвлет-обработке результатов с применением количественных критериев оценки свидетельствует о том, что:

- вейвлет-обработка экспериментального контраста не вносит визуально видимых его искажений;
- при цифровой обработке топографических и поляризационно-оптических изображений наилучший результат по сравнению с другими, входящими в математический программный пакет «Matlab», получается при использовании вейвлет-базиса Симлета (**sym 8**).

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории «Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов» при поддержке гранта РФФИ № 12-02-00201.

## Литература

1. Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany. 2012, 385 с.
2. Avcibas I., Sankur B., and Sayood K. Statistical evaluation of image quality measures. J. Electronic Imaging, 2002. P.206–223.
3. Huang T.S., Burdett J.W. and Deczky A.G. The importance of phase in image processing filters. IEEE Trans. Acoust., Speech Signal Process. 1975. vol. 23, № 6.
4. Ткаль В.А., Данильчук Л.Н., Дзюба И.В. Моделирование теоретического контраста дефектов структуры различного типа с «зашумляющими» факторами. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009. № 10. С. 59–65.
5. Ткаль В.А. Количественный критерий оценки эффективности цифровой обработки изображений дефектов структуры монокристаллов. Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2010», Черноголовка, ИПТМ РАН, 2010 г. с. 37–39.

# Точное прозрачное граничное условие для трёхмерного параболического уравнения в прямоугольной вычислительной области

Р.М. Фещенко<sup>1</sup>, А.В. Попов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский пр. 53, 119991 Москва Россия

<sup>2</sup>Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкина РАН, 142190 г. Троицк Московской обл. Россия

Параболическое волновое уравнение, впервые предложенное Леонтьевичем и Фоком в середине 20-го века [1], находит самые широкие применения в оптике, включая рентгеновскую оптику, радиофизике и акустике [2–3]. Его точный математический аналог – нестационарное уравнение Шредингера является основой квантовой механики. Однако на практике численное решение параболического уравнения сопряжено с определёнными трудностями. Они проистекают оттого, что постановка задачи, как в оптике, так и в акустике подразумевает нахождение амплитуды поля во всём пространстве, тогда как численное решение с помощью метода конечноразностных схем возможно лишь в ограниченной вычислительной области. Таким образом, для численного решения параболического уравнения необходимы граничные условия для амплитуды поля на внешних границах вычислительной области.

Наиболее естественным представляется так называемое точное прозрачное граничное условие, которое основано на предположении, что все источники поля находятся внутри вычислительной области, я поле может лишь вытекать через её границы. Для двумерного параболического уравнения подобное условие известно более 30 лет под названием условия Басакова–Попова [4–5]. К сожалению, вплоть до последнего времени точное прозрачное граничное условие не было известно для параболического уравнения в трёхмерном пространстве для прямоугольной вычислительной области [6], что сильно затрудняло решения трёхмерных оптических и акустических задач.

Далее в настоящей работе приводится точное прозрачное граничное условие для трёхмерного параболического волнового уравнения в свободном пространстве для прямоугольной области. Для демонстрации его работоспособности приведены несколько примеров из рентгеновской оптики.

Для вывода трёхмерного граничного условия нам понадобится прозрачное граничное условие для двумерного параболического уравнения в вакууме для амплитуды поля  $u(x, z)$ :

$$2ik \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0, \quad (1)$$

где  $z$ ,  $x$  и  $y$  – это пространственные координаты. Само прозрачное условие на прямой  $x=\pm a$  выглядит следующим образом [4]:

$$\frac{\partial u}{\partial x}(a, z) = \mp \left( \frac{2k}{\pi i} \right)^{1/2} \int_0^z \frac{u(a, \zeta)}{\sqrt{z - \zeta}} d\zeta, \quad (2)$$

где считается, что  $u(x>|a|, 0)=0$ .

Для трёхмерного параболического уравнения:

$$2ik \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = 0, \quad (3)$$

прозрачное граничное условие может быть получено, если ввести вспомогательную функцию четырёх переменных  $U$ , связанную с амплитудой поля следующим соотношением:

$$U(x, y, z, s)|_{s=z} = u(z, x, y), \quad (4)$$

и удовлетворяющую двум уравнениям:

$$2ik \frac{\partial U}{\partial z} + \frac{\partial^2 U}{\partial x^2} = 0, \quad (5a)$$

$$2ik \frac{\partial U}{\partial s} + \frac{\partial^2 U}{\partial y^2} = 0. \quad (5b)$$

Теперь можно воспользоваться граничным условием (2) в отдельности по парам переменных  $z$ ,  $x$  и  $s$ ,  $y$ , что приводит, к примеру, на плоскостях  $x=\pm a$  к следующему граничному условию:

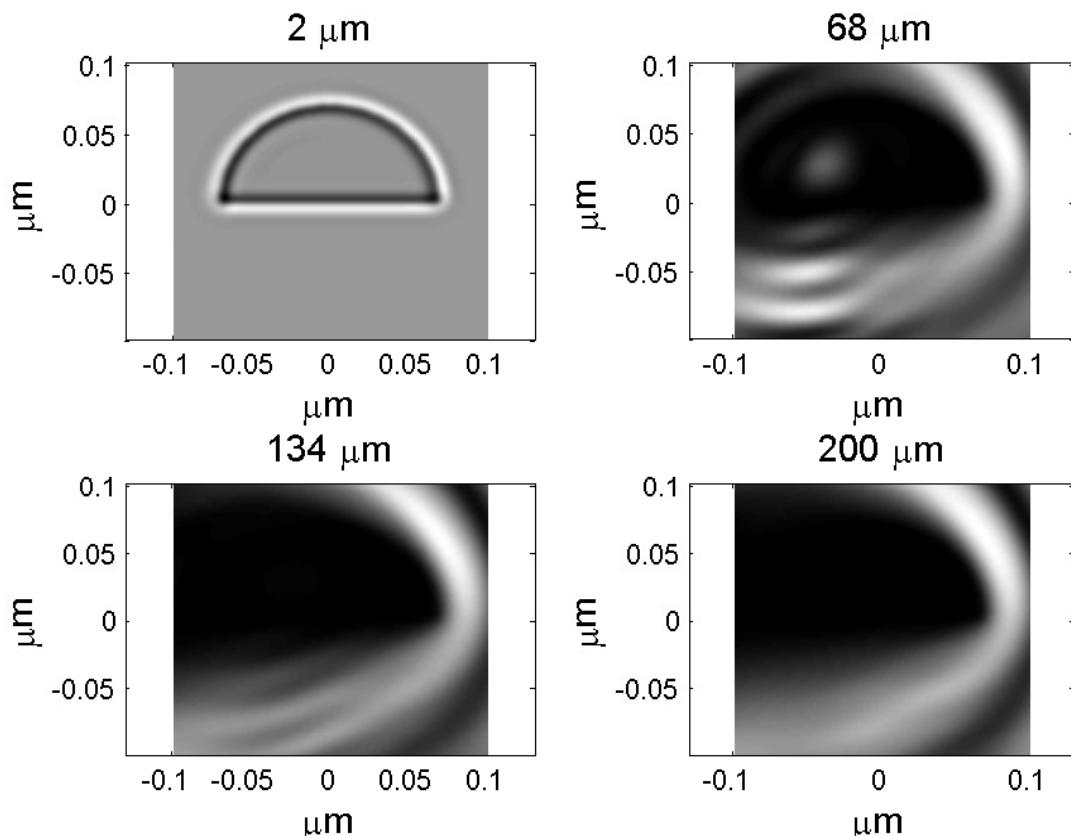
$$\frac{\partial u}{\partial x} = \mp \left( \frac{2k}{\pi i} \right)^{1/2} \int_0^z \frac{U(a, y, \zeta, s)}{\sqrt{z - \zeta}} d\zeta \Big|_{s=z}. \quad (6)$$

Функция  $U$  может быть найдена из решения одного из уравнений (5a) или (5b) с двумерным прозрачным граничным условием (2) и с использованием сохранённых значений  $U(\pm a, \pm b, s, z)$  в углах прямоугольного вычислительного домена.

При решении задачи распространения излучения в пространстве, содержащем материальные тела, уравнение (3) должно содержать дополнительный член с диэлектрической восприимчивостью. Оно может быть решено с помощью метода конечных разностей. Граничные условия в форме (6) также подвергаются дискретизации. (см. подробности в [7])

Для демонстрации возможностей трёхмерного прозрачного граничного условия рассмотрим несколько численных экспериментов демонстрирующих распространение жесткого (длина волны 0,1 нм) рентгеновского излучения в рентгеновскихnanoструктурах: волноводах и стержнях различной формы. В качестве материала для структур в расчётах используется кристаллический кремний, оптические константы которого были взяты из таблиц Хенке [8]. Один из торцов структуры освещается плоской волной, падающей под определённым углом  $\varphi$  по отношению к нормали. Размер вычислительной области был выбран  $200 \times 200 \text{ нм}^2$  с шагом решётки 1 нм. Длина шага по  $z$  была 1000 нм, число шагов – 200. Результаты расчетов для различных типов nanoструктур представлены на Рис.1–3. Числа над графиками – это координата  $z$  в микронах. Эти примеры показывают полное отсутствие паразитных отражений на границах вычислительной области.

- [1] Фок В. А., Проблемы дифракции и распространения электромагнитных волн, М., 1970;  
[2] F.D. Tappert, "The parabolic approximation method", in Wave Propagation and Underwater Acoustics, Joseph B. Keller, John S. Papadakis, Lecture Notes in Physics, 70, 224–287 (1977).



**Рис.1** Полуцилиндрический (радиус 70 нм) стержень освещается плоской электромагнитной волной, падающей под углом  $\varphi=0.001$  справа. Видны расходящиеся цилиндрические волны, которые свободно проходят через границу вычислительной области без паразитных отражений. Этот пример демонстрирует, как работает трёхмерное прозрачное граничное условие.

[3] M. Levy. Parabolic Equations Methods for Electromagnetic Wave Propagation. London, IEE, 2000.

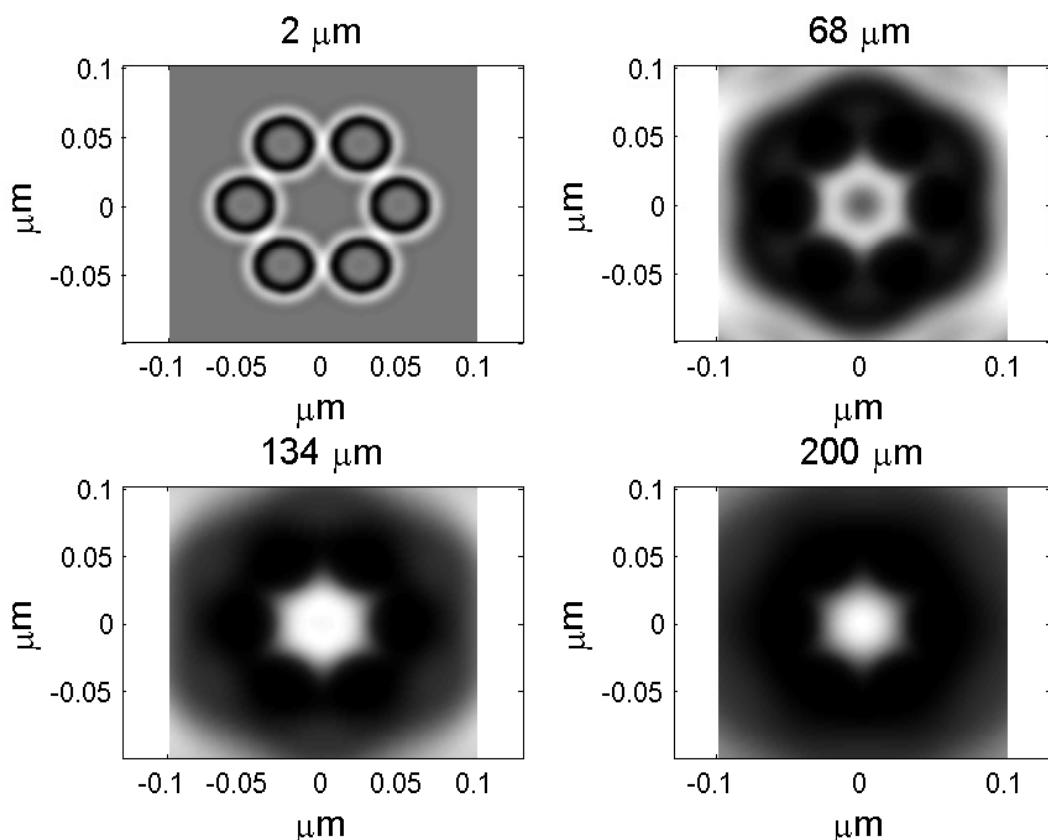
[4] V.A. Baskakov and A.V. Popov, "Implementation of transparent boundaries for numerical solution of the Schrodinger equation", Wave Motion 14, 123–128 (1991).

[5] A.V. Popov, "Accurate modelling of transparent boundaries in quasi-optics", Radio Science, 31, 1781–1790 (1996)

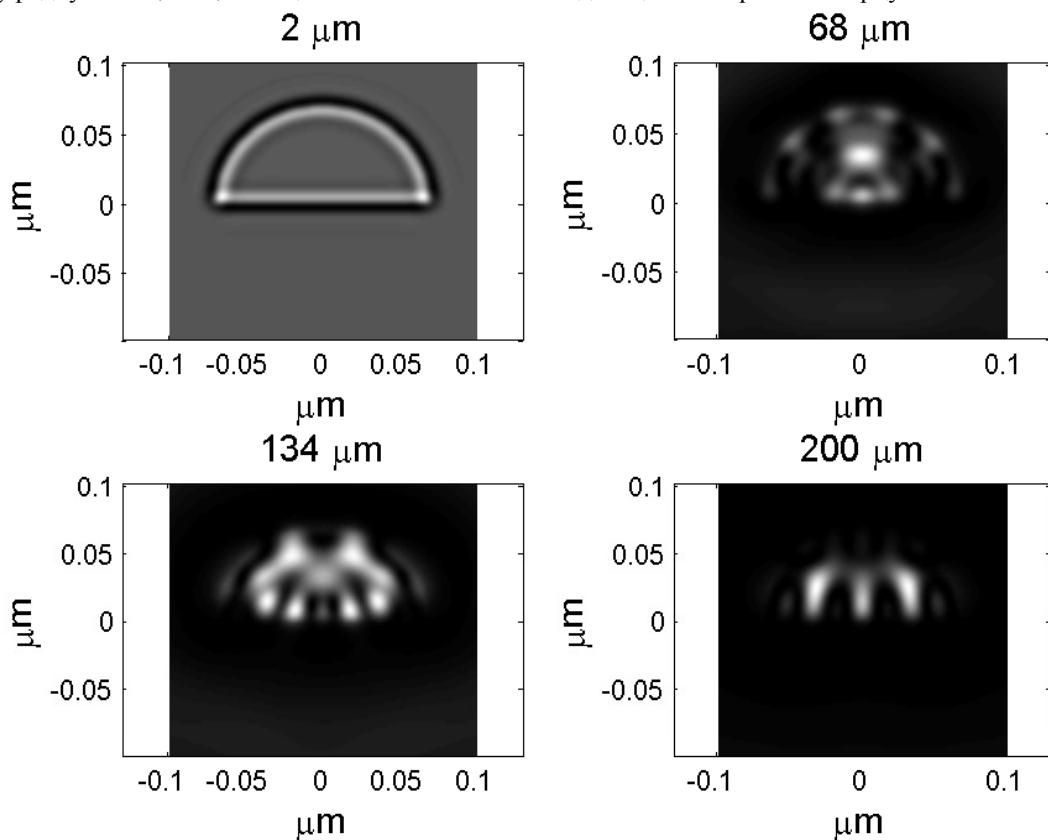
[6] X. Antoine, A. Arnold, C. Besse, M. Ehrhardt, and A. Schadle, "A Review of Transparent and Artificial Boundary Conditions Techniques for Linear and Nonlinear Schrodinger Equations", Communications in Computational Physics, 4, 729–796 (2008)

[7] R. M. Feshchenko and A. V. Popov, Exact transparent boundary condition for the parabolic equation in a rectangular computational domain, JOSA A 28(3), p. 373–380, 2011

[8] B.L. Henke, E.M. Gullikson, and J.C. Davis, "X-ray interaction: photoabsorption, scattering, transmission and reflection at E=50–30,000 eV, Z=1–92", At. Data Nucl. Data Tables, 54, 181–342 (1993)



**Рис.2.** Волновод, составленный из шести кремневых стержней с радиусом 20 нм расположенных по кругу радиусом 50,5 нм, освещается плоской волной падающей по нормали к торцу.



**Рис.3.** Пустой полуцилиндрический волновод (радиус 70 нм) освещается плоской электромагнитной волной падающей по нормали к торцу. Внутри волновода наблюдается распространение волноводных мод со сложной поперечной структурой.

# АНАЛИТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ ЭЛЛИПСОИДАЛЬНЫХ КОНЦЕНТРАТОРОВ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

**И.В. Якимчук, И.В. Кожевников, В.Е. Асадчиков**

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,  
119333, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский пр., дом 59.

e-mail: yaivan@list.ru

Низкая интенсивность большинства существующих лабораторных источников рентгеновского излучения ( $\lambda \sim 0.01 - 10$  нм) приводит к необходимости использования коллимирующей и концентрирующей оптики, позволяющей значительно увеличить мощность излучения на поверхности образца [1-3]. Данная работа (подробнее см. [4]) посвящена аналитическому расчету оптимальных параметров эллипсоидального концентратора, который позволяет, не прибегая к дополнительным численным расчетам [5,6], определять максимально возможную эффективность концентратора на любой длине волны и анализировать зависимость эффективности от размера источника, длины волны, расстояния между источником и образцом и т.д.

В качестве критерия оптимальности концентратора будем использовать его коэффициент передачи по мощности (эффективность концентратора)  $v \equiv W / W_0$ , определяющий число фотонов в пятне фокусировки по отношению к полному числу излученных фотонов. Рассмотрим случай точечного источника и концентратора полной длины, т.е. когда его входная и выходная апертуры расположены в фокальных плоскостях эллипсоида. Источник расположен в одном из фокусов эллипсоида. Мощность излучения, собранного в другом фокусе эллипсоида, в этом случае в точности равна

$$W = W_0 \int_{\Phi_{\min}}^{\pi/2} R(\Theta) \sin(2\Phi) d\Phi, \quad (1)$$

$$\operatorname{tg}\Theta = \frac{1-e \cos\Phi}{e \sin\Phi}, \quad \operatorname{tg}\Phi_{\min} = \frac{1-e^2}{2e}$$

где  $\Phi \in [0, \pi/2]$  – угол между лучом и большой полуосью эллипсоида,  $W_0$  – полная мощность источника,  $\Theta$  – угол скольжения луча при отражении от эллиптической поверхности, а  $R(\Theta)$  – коэффициент отражения, вычисляемый по формулам Френеля и зависящий от  $\Theta$  и комплексной диэлектрической проницаемости отражающего покрытия концентратора  $\varepsilon = 1 - \delta + i\gamma$ .

Удобно, однако, перейти к другому набору параметров:

$$|1-\varepsilon| \equiv \sqrt{\delta^2 + \gamma^2}; \quad \frac{\gamma}{\delta}; \quad \theta_{\min} \equiv \left[ \frac{2(1-e)}{|1-\varepsilon|} \right]^{1/2} \quad (2)$$

и пронормировать углы  $\Theta$  и  $\Phi$ :

$$\theta \equiv \Theta / |1-\varepsilon|^{1/2}, \quad \varphi \equiv \Phi / |1-\varepsilon|^{1/2} \quad (3)$$

С учетом малости всех величин  $\Phi, \Theta, 1-e, |1-\varepsilon| \ll 1$ , коэффициент передачи по мощности выражается в следующем виде:

$$v = 4|1-\varepsilon| \cdot Y(\theta_{\min}, \gamma/\delta); \quad Y \approx \frac{1}{2} \int_0^\infty R(\theta, \gamma/\delta) \varphi d\varphi \quad (4)$$

$$R(\theta, \gamma/\delta) = \left| \theta - \sqrt{\theta^2 - \exp(i\alpha)} \right|^4; \quad (5)$$

$$\exp(i\alpha) \equiv \frac{1-i\gamma/\delta}{\sqrt{1+\gamma^2/\delta^2}}; \quad \theta \approx \frac{\varphi}{2} + \frac{\theta_{\min}}{2\varphi}$$

Проведенные преобразования позволяют выделить сильную зависимость эффективности концентратора  $v$  от длины волны через множитель  $|1-\varepsilon| \sim \lambda^2$  (см. рис.1). Приведенная эффективность  $Y$  составляет 0.3 – 1 независимо от длины волны излучения и в большей степени определяется геометрией концентратора (параметром  $\theta_{\min}$ ).

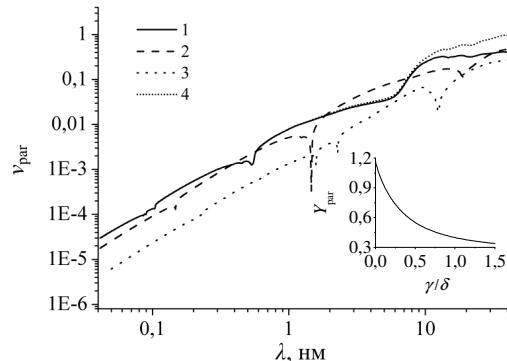


Рис. 1. Коэффициент преобразования  $v_{\text{par}}$  излучения точечного источника в коллинированный пучок с помощью параболоида бесконечной длины с отражающим покрытием из Au (1), Ni (2) и стекла марки C52-1 (3) химического состава  $\text{SiO}_2$  (68.2%),  $\text{Ba}_2\text{O}_3$  (19%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (3.5%),  $\text{Na}_2\text{O}$  (4.8%),  $\text{K}_2\text{O}$  (4.5%). Кривая 4 рассчитана для параболоида с золотым покрытием по приближенной формуле (4). Вставка: зависимость приведенной эффективности параболоида  $Y_{\text{par}}$  от отношения  $\gamma/\delta$ .

Различия между приближенными формулами (по которым проведен дальнейший анализ) и точными начинают проявляться лишь в длинноволновой области спектра  $\lambda > 10$  нм.

Далее было проанализировано изменение эффективности при переходе от параболоида к эллипсоиду. На рис.2 представлена нормированная эффективность эллипсоида  $v/v_{\text{par}} \equiv Y/Y_{\text{par}}$  в зависимости от параметров

$\gamma/\delta$  и  $\theta_{\min}$ . Из рис. 2 следует, что эффективность эллипсоида составляет не менее 90% от эффективности параболоида, если:

$$\begin{aligned} \theta_{\min} &\leq 0.3 \div 0.43, \quad \gamma/\delta = 1 \div 0.1 \\ 1 - e &\leq (0.045 \div 0.092) |1 - \varepsilon|, \quad \gamma/\delta = 1 \div 0.1 \end{aligned} \quad (6)$$

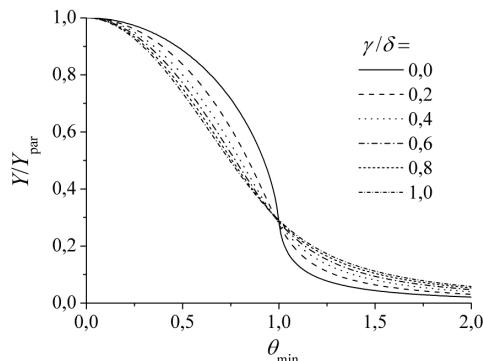


Рис. 2. Зависимость нормированной эффективности эллипсоидального концентратора  $v/v_{par} \equiv Y/Y_{par}$  от параметра  $\theta_{\min}$  для различных значений  $\gamma/\delta$ .

Следующим шагом является рассмотрение концентратора с длиной меньше межфокусного расстояния ( $L < 2F$ ). Вместо (4) получаем интеграл с конечными пределами:

$$Y \approx \frac{1}{2} \int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}} R\left(\theta, \frac{\gamma}{\delta}\right) \phi d\varphi \quad (7)$$

Здесь  $\varphi_{\max} = \Phi_{\max} / |1 - \varepsilon|^{1/2}$  и  $\varphi_{\min} = \Phi_{\min} / |1 - \varepsilon|^{1/2}$  определяют положения входной и выходной апертуры концентратора и связаны через длину  $L$ . Детальный анализ этого случая позволяет заключить, что проблема оптимизации сводится к тому, чтобы найти значение  $\varphi_{\max}$ , ведущее к максимуму интеграла (7) при заданных  $\gamma/\delta$ ,  $\theta_{\min}$ ,  $L/(2F)$ .

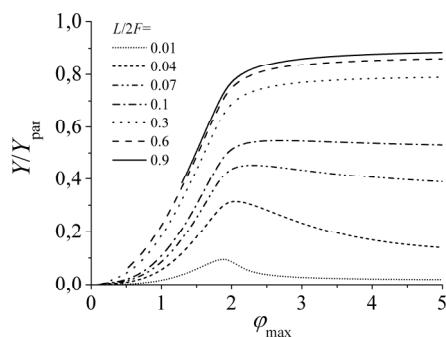


Рис. 3. Зависимость нормированной эффективности эллипсоидального концентратора  $v/v_{par} \equiv Y/Y_{par}$  от положения его входной апертуры (угла  $\varphi_{\max}$ ) при фиксированных параметрах  $\gamma/\delta = 0.1$  и  $\theta_{\min} = 0.43$ , но различных значениях  $L/2F$ , указанных на рисунке

На рис.3 показана зависимость нормированной эффективности эллипсоида  $v/v_{par} \equiv Y/Y_{par}$  от угла  $\varphi_{\max}$ , при фиксированном  $\gamma/\delta = 0.1$ , но для различных

отношений  $L/2F$ . Значение  $\theta_{\min}$  выбиралось из условия (6). Видно, что при  $L/2F > 0.1$  интеграл (7) практически постоянен, если  $\varphi_{\max} \geq 2.5$ , т.е. если входная апертура концентратора расположена достаточно близко к источнику.

Анализ подобных кривых для различных значений  $\gamma/\delta$  позволяет заключить, что для обеспечения максимальной эффективности входная апертура концентратора должна быть расположена так близко к источнику, чтобы

$$\Phi_{\max} \geq (2.5 \div 3.2) |1 - \varepsilon|^{1/2}, \quad \gamma/\delta = 0.1 \div 1 \quad (8)$$

где коэффициент пропорциональности увеличивается при увеличении отношения  $\gamma/\delta$  от 0,1 до 1.

На рис.4 показана зависимость приведенной эффективности эллиптического концентратора  $v/v_{par} \equiv Y/Y_{par}$  от его безразмерной длины  $L/2F$ . Расчет проведен для двух разных отношений  $\gamma/\delta = 0.1$  и 1, значение параметра  $\theta_{\min}$  (0,43 и 0,3, соответственно) выбрано из условия (6), а положение входной апертуры выбрано в соответствии с (8).

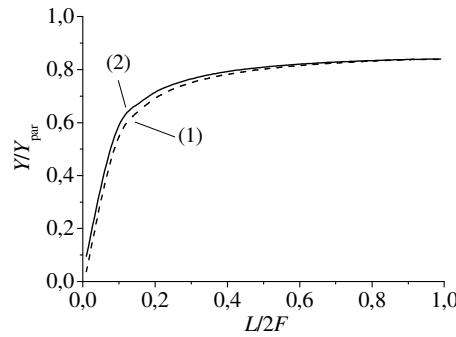


Рис. 4. Зависимость нормированной эффективности эллипсоидального концентратора  $v/v_{par} \equiv Y/Y_{par}$  от его длины при фиксированных параметрах  $\gamma/\delta = 0.1$  и  $\theta_{\min} = 0.43$  (1) или  $\gamma/\delta = 1$  и  $\theta_{\min} = 0.3$  (2).

Для обеспечения эффективности порядка 90% по отношению к концентратору максимально возможной длины, т.е. около 80% от эффективности параболоида, длина концентратора должна удовлетворять условию

$$L/2F \geq 0.35 \quad (9)$$

Наконец, было исследовано поведение эффективности эллиптического концентратора в условиях источника конечного диаметра  $S$ . В этом случае каждая точка отражающей поверхности облучается конусом лучей, падающих на поверхность в интервале углов скольжения  $\Theta(\Phi) \pm S/[2\rho(\Phi)]$ , где  $\Theta(\Phi)$  - угол скольжения луча, испущенного из центра источника, а  $\rho(\Phi)$  - это уравнение поверхности эллипсоида в полярных координатах. Ясно, что конечный размер источника не будет влиять на эффективность концентратора, если разброс в углах падения излучения в каждой точке отражающей поверхности настолько мал, что

$S/[2\rho(\Phi)] \ll \Theta(\Phi)$ . Переходя к нормированным углам (3), замечаем, что возникает новый безразмерный параметр  $\sigma = S/(2F|1-\varepsilon|^{1/2})$  и получаем условие, при котором конечным размером источника можно пренебречь

$$\sigma = \frac{S}{2F|1-\varepsilon|^{1/2}} \ll \frac{\rho(\phi)}{F} \theta(\phi) \quad (10)$$

С учетом убывания правой части достаточно потребовать, чтобы (10) выполнялось при  $\phi = \phi_{\max}$ :

$$\sigma \ll \theta_{\min}^2 / \phi_{\max} \quad (11)$$

Для более точных оценок был проведен расчет эффективности концентратора для разных длин волн в зависимости от размера источника с использованием метода прогонки лучей [7 - 8].

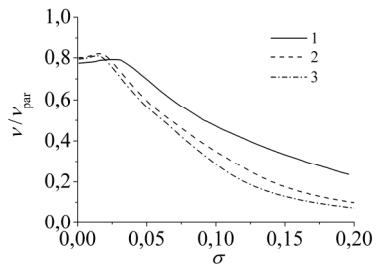


Рис. 7. Зависимость эффективности эллипсоидального концентратора  $\nu$  от размера источника  $\sigma$  для нескольких длин волн рентгеновского излучения и разных материалов отражающего покрытия:  $\lambda = 0.154$  нм, Au (1);  $\lambda = 0.989$  нм, Au (2);  $\lambda = 4.47$  нм, Ni (3). Значения  $\nu$  нормированы на эффективность параболоида для точечного источника.

Результаты расчетов представлены на рис.7. Параметры концентраторов выбраны в соответствии с выше проведенным анализом так, чтобы их эффективность составляла около 80% от эффективности параболоида для точечного источника. Рис. 7 позволяет заключить, что независимо от отношения  $\gamma/\delta$  полученное выше сильное неравенство (11) сводится к более простому и понятному условию

$$\sigma \leq \theta_{\min}^2 / 2\phi_{\max} \quad (12)$$

Полученные выше выражения позволяют сформулировать алгоритм определения параметров эллипсоидального концентратора, размеры которого минимальны, а эффективность составляет около 80% от максимальной (эффективности преобразования излучения точечного источника в коллимированный пучок с помощью параболоида).

1) Задавая рабочую длину волны, выбираем материал отражающего покрытия из весьма ограниченного списка веществ.

2) Определяем эксцентрикитет наименее вытянутого эллипса  $1-e = K_1 \cdot |1-\varepsilon|$ .

3) Выбираем минимально возможное расстояние между источником и образцом в соответствии со следующим условием:

$2F = \max\{K_2 L_{in}; K_3 S / |1-\varepsilon|^{1/2}\}$ . Это расстояние определяется либо диаметром источника  $S$ , либо минимально возможным с практической точки зрения расстоянием от источника до концентратора  $L_{in}$ .

4) Далее находим наименьшую возможную длину концентратора  $L = 0.7F$ .

5) Наконец, если межфокусное расстояние  $2F$  ограничено размером источника, из (15) находим расстояние от источника до входной апертуры концентратора  $L_{in} = 2F / K_2$ .

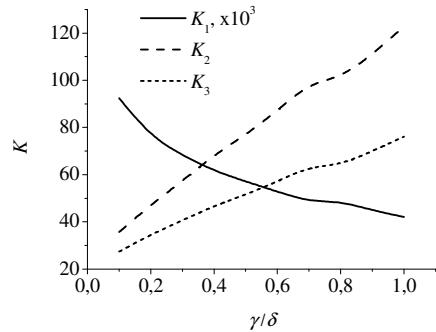


Рис. 8. Зависимости параметров  $K_1$ ,  $K_2$  и  $K_3$ , используемых для определения геометрических параметров оптимального эллипсоидального концентратора, от отношения  $\gamma/\delta$

Коэффициенты  $K_1$ ,  $K_2$  и  $K_3$ , зависящие только от отношения  $\gamma/\delta$ , показаны на рис.8. На этом определение оптимальных параметров эллипсоидального концентратора заканчивается.

Таким образом, задача оптимизации концентраторов решена аналитически. Эффективность концентратора выражена через несколько универсальных параметров  $L/F$ ,  $S/(F|1-\varepsilon|^{1/2})$  и  $(1-e)/|1-\varepsilon|$ . Это позволяет определять максимально возможную эффективность концентратора на любой длине волны и анализировать зависимость эффективности от размера источника, длины волны излучения, вещества отражающего покрытия, а также возможных ограничений, накладываемых на длину концентратора, расстояние между источником и образцом и т.д.

- [1]. Bilderback, D.H., Hoffman, S.A. and Thiel, D.J., Science, **263**, 201 (1994).
- [2]. Balaic, D.X., Barnea, Z., Nugent, K.A. et al., J.Synch.Rad, **3**, 289 (1996).
- [3]. Zeng, X., Duewer, F., Feser, M. et al., Appl. Optics, **47**, 2376 (2008).
- [4]. Якимчук, И.В., Кожевников, И.В., Политов, В.Ю. и др., Кристаллография, **58**, 328(2013).
- [5]. Voss, K.F., Kim, K.H., Stern, E.A. et al., Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A., **347**, 390 (1994).
- [6]. Vincze, L., Riekel, C., X-ray Spectrom., **32**, 208 (2003).
- [7]. Bukreeva, I.N., Kozhevnikov, I.V., Nucl. Instr. Meth. A., **395**, 244 (1997).
- [8]. Якимчук, И.В., Рошин, Б.С., Кожевников, И.В. и др., Кристаллография, **53**, 1111 (2008).

**АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ  
АВТОРОВ**

<b>А</b>			
Абросимова Г.Е.	221	Довлатян Т.Г.	82
Айвазян Г.А.	82	Дубков С.В	46
Акимова А.К.	23	Дьякова Ю.А.	79
Алалыкин А.С.	145	Дятлова Н.А.	49
Алалыкин С.С.	145	<b>Е</b>	
Андреева М.А.	26	Ершов П.А.	51, 73
Аргунова Т.С.	206	<b>Ж</b>	
Артиков И.А.	147	Жуковская И.А.	124, 128, 131, 134, 234, 236
Асадчиков В.Е.	93, 148, 150, 152, 160 246	Журавлев К.С.	215
<b>Б</b>		<b>З</b>	
Багдасарян А.С.	82	Закирова Р.М.	55
Баскакова С.С.	29	Золотов Д.А.	93, 148, 152, 160
Безбах И.Ж.	108	<b>И</b>	
Бер Б.Я.	215	Иванова М.	57
Благов А.Е.	76	Ильин А.С.	61, 162
Большаков А.П.	206	<b>К</b>	
Бузмаков А.В.	93, 148, 152, 160	Казаков Д.В.	168
Бушуев В.А.	34, 156, 218	Калмыков А.Е.	84
Буйлов А.Н.	153	Калоян А.А.	102, 176
Буташин А. В.	32	Каменева М.Ю.	203
<b>В</b>		Карпов А.В.	171
Васильева Н.А.	43	Карягин Н.А.	191
Василенко А.П.	114	Качанова М.М.	174
Васильев А.Л.	96, 191	Кведер В.В.	221
Верозубова Г.А.	87	Коваленко Е.С.	102, 176, 246
Виноградов А.В.	147	Кожевников И.В.	32, 150, 179, 180, 246
Водолазова Н.Н.	124, 128	Козеева Л.П.	203
Волков В.В.	224	Колесников А.В.	61
Волков Р.Л.	46	Колосов С.И.	183
Волков Ю.О.	32, 150	Комаров В.Ю.	203
Волошин А.Э.	29, 43, 49	Компанец В.О.	218
<b>Г</b>		Кон В.Г.	63, 188
Гойхман А.	51, 73	Кондратьев О.А.	76
Гребенев В.В.	43, 49	Кочарян В.Р.	66, 82
Григорьева М.С.	43	Крылов П.Н.	55, 145
Григорьев М.В.	138	Кузнецов С.	51, 188
Гришина Я.С.	46	Кукин В.Н.	186
Гулимова В.И.	148	Кулаков В.И.	221
Гутаковский А.К.	162	Кютт Р.Н.	69, 215
<b>Д</b>			
Дерябин А. Н.	32		
Дмитриенко В.Е.	23		

<b>Л</b>		Подурец К.М. Поликарпов М. Польский А.В. Попов А.В. Попов Н.Л. Прокоренко М. Прохоров И.А. Прун В.Е. Пунегов В.И.	102, 148, 176, 206 105 206 243 147 57 108, 206 152 111, 183, 209, 212
<b>М</b>		<b>P</b>	
Манцызов Б.И.	218	Разумовский А.Ю.	114
Маноменова В.Л.	49	Ральченко В.Г.	206
Марченков Н.В.	76	Ратников В.В.	215
Марченкова М.А.	79	Репченко Ю.Л.	26
Майдыковский А.И.	218	Рогачев А.В.	79
Миракян С.А.	82	Рошин Б. С.	32, 150
Митрофанов А.В.	194	Руденко К.В.	191
Мкртчян А.Г.	82	Русаков В.С.	221
Мкртчян А.Р.	82	<b>C</b>	
Мовсисян А.Е.	66, 82	Савельев С.В.	148
Мурадян Т.Р.	66, 82	Сахаров А.В.	84, 218
Мурзина Т.В.	218	Свяховский С.Е.	221
Муслимов А.Э.	150	Седых В.Д.	108
Мухамеджанов Э.Х.	23	Серебряков Ю.А.	79, 148
Мясоедов А.В.	84	Серегин А.Ю.	148
Мяконьких А.В.	191	Сенин Р.А.	117, 227
<b>Н</b>		Сивков Д.В.	99, 197, 224
Налбандян В.В.	82	Сивков В.Н.	218
Некипелов С.В.	99, 197, 224	Скорынин А.А.	176
Николаев А.Е.	84	Соменков В.А.	
Новиков В.Б.	218	Соловьев В.Г.	57
<b>О</b>		Сорокин Л.М.	84
Овчинникова Е.Н.	23	Смирнова И.А.	121, 232
Огурцов А.	57	Смоленцев А.И.	203
Окунев А.О.	87, 153	Стащенко В.А.	87
Орешко А.П.	90, 200	Суворов Э.В.	121, 232
Орехов А.С.	148	Суворов И.А.	55
Осадчая А.С.	93	Субботин И.А.	206
<b>П</b>		<b>T</b>	
Павленко Е.С.	96	Терещенко Е.Ю.	79, 148
Пахневич А.В.	176	Тийс С.А.	162
Петрова О.В.	99, 224	Ткаль В.А.	124, 128, 131, 134, 234, 236
Писаревский Ю.В.	76	Трифонов С.	57
Подберезская Н.В.	203	Труханов Е.М.	61, 114, 162, 174

<b>Ф</b>		<b>III</b>	
Федотова И.В.	55	Шабельникова Я.Л.	138
Фахртдинов Р.Р.	138	Шараева А.В.	124, 128, 131, 134,
Фещенко Р.М.	136, 147, 243	Шульпина И.Л.	234, 236
<b>Х</b>		<b>Щ</b>	108
Хлорузян С.Г.	66	Щеглов М.П.	215
<b>Ч</b>		<b>Ю</b>	
Чекалин С.В.	218	Юнкин В.	51, 188
Чернов М.А.	114		
Чесноков Ю.М.	191	<b>Я</b>	
Чукалина М.В.	148, 152	Якимов Е.Б.	138, 140, 142
Чуховский Ф.Н.	180	Якимчук И.В.	152, 246
<b>Ц</b>		Якунин С.Н.	96
Цвигун Н.В.	63		

Barty A.	54, 159	Rafailov M.K.	93
Chapman H.N.	54, 159	Richter C.	23
Gerbreder V.	57	Roddatis V.V.	96
Hansen W.	231	Schneider G.	231
Heyn C.	231	Slobodskyy T.	150, 231
Kaganer V.	59, 164, 166	Snigirev A.	51, 73, 105, 188
Landgraf B.	150, 231	Snigireva I.	51, 73, 105, 188
Любомирский М.	105, 188	Veisman V.	57
Ogurcov A.	57	Yefanov A.I.	54, 159
Novikov D.V.	23		

**ОРГАНИЗАЦИИ – УЧАСТНИКИ  
ШЕСТОГО СЕМИНАРА И  
ЧЕТВЕРТОЙ ШКОЛЫ-СЕМИНАРА**

## **Учебные заведения России**

1. Физический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва, Россия
2. Национальный исследовательский университет «МИЭТ», Москва, Зеленоград, Россия
3. Удмуртский государственный университет, Ижевск, Россия
4. Коми педагогический институт, Сыктывкар, Россия
5. Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ», Москва, Россия
6. Воронежский Государственный Университет, Воронеж, Россия
7. Новгородский филиал Санкт-Петербургского государственного университета сервиса и экономики, Великий Новгород, Россия
8. Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия
9. Псковский государственный университет, Псков, Россия
10. Research and education center of Immanuel Kant Baltic Federal University, Kaliningrad, Russia

## **Институты Российской академии наук**

1. Институт кристаллографии РАН им. А.В.Шубникова РАН, Москва, Россия
2. НИИ Морфологии человека РАМН, 117418, Москва, Россия
3. Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия
4. Физический институт РАН, Москва, Россия
5. Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия
6. Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН, Новосибирск-90, Россия
7. НИЦ «Космическое материаловедение» Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Калуга, Россия
8. Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия
9. Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
10. Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия
11. Институт органической химии РАН, Москва, Россия
12. Институт Физики Полупроводников им. А.В.Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия
13. Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкова РАН, Троицк Московской обл., Россия
14. Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН, Москва, Россия
15. Институт спектроскопии РАН, Москва, Троицк, Россия
16. Институт радиотехники и электроники РАН, Москва, Россия

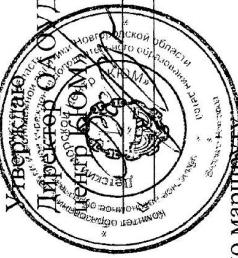
## **Научные и производственные организации**

1. Курчатовский НБИК центр, Москва, Россия
2. Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия
3. НПП «Микроприбор», Москва, Россия
4. Radicon Ltd., St.Petersburg, Russia
5. НОЦ "Функциональные Наноматериалы" Инновационного Парка БФУ им. И. Канта, г. Калининград, Россия

## **Зарубежные научные и учебные центры**

1. Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, Germany
2. Paul Drude Institute for Solid State Electronics, Berlin, Germany
3. Институт прикладных проблем физики НАН РА, Ереван, Армения
4. European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France
5. Institute for Applied Physics University of Hamburg, Hamburg, Germany
6. Daugavpils University, Daugavpils, Latvia
7. University of Alberta, ECERF E1-026, Edmonton T6G V24, Canada
8. Гамбургский Университет, Гамбург, Германия

**ГРАФИК ДВИЖЕНИЯ СУДНА  
«ГОСПОДИН ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД»**



**Документы** **Документы** **Документы** **Документы** **Документы**

400 *Journal of Health Politics*

Н.Г. Барухин 20

РАСПИСАНИЕ №

Движения судна «Господин Великий Новгород» по маршруту  
Санкт-Петербург – Ярославль – Горицы – Вытегра – Санкт-Петербург

с 19.08.2013 г. по 27.08.2013 г.

*Научное издание*

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ  
АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ  
И АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ**

Сборник материалов и программа  
Шестого международного научного семинара и  
Четвертой международной молодежной научной школы-семинара  
19–27 августа 2013 года

Составитель:  
**Ткаль Валерий Алексеевич**

*Материалы публикуются в авторской редакции.  
Оригинал-макет подготовлен Кафедрой технических и естественнонаучных  
дисциплин Новгородского филиала Санкт-Петербургского государственного  
университета сервиса и экономики*

---

Подписано в печать 10.07.2013. Бумага офсетная. Формат 60×84 1/16.  
Гарнитура Times New Roman. Печать офсетная.  
Усл. печ. л. 33,13. Уч.-изд. л. 17,4. Тираж 500 экз. Заказ № 512

Отпечатано в ЗАО «Новгородский технопарк»,  
173003, Великий Новгород, ул. Б. Санкт-петербургская, 41,  
Тел. (8162) 731705