

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК  
ПЕТЕРБУРГСКИЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ  
им. Б.П. КОНСТАНТИНОВА

УДК 537.531/539.1.07/539.173.8

На правах рукописи

ЛАПИН  
Евгений Георгиевич

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ  
ОСОБЕННОСТЕЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО  
ИЗЛУЧЕНИЯ НА МОНОКРИСТАЛЛАХ**

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Гатчина  
2007

Работа выполнена в Отделении нейтронных исследований Петербургского института ядерной физики им. Б.П. Константинова РАН.

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук,  
профессор

В.В. Федоров.

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук,  
профессор

А.П. Потылицин,

кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник

Ю.М. Иванов.

Ведущая организация – Санкт-Петербургский государственный  
политехнический университет.

Защита состоится " 25 " октября 2007 года в 13 часов на заседании диссертационного совета Д-002. 115. 01 при Петербургском институте ядерной физики им. Б.П. Константинова РАН по адресу: 188300, г. Гатчина Ленинградской обл., Орлова роща.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ПИЯФ РАН.

Автореферат разослан "     "                      2007 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета



И.А. Митропольский

## 1. Общая характеристика работы

### Актуальность проблемы

В настоящее время кристалл-дифракционные методы исследований нашли широкое применение во многих областях: от физики и химии твердого тела до физики ядра и элементарных частиц. Успехи в этих областях в сильной степени связаны с развитием теоретических представлений по физике дифракции излучений на монокристаллах. Многие из предсказаний нашли свое применение при создании кристалл-дифракционных установок, оптимально отвечающих условиям для наблюдения изучаемых явлений. Примером таких эффектов может служить эффект Бормана при дифракции рентгеновского излучения и явление Pendellösung при дифракции нейтронов, которые легли в основу развития рентгеновской и нейтронной интерферометрии. Из сравнительно новых эффектов хотелось бы отметить теоретически предсказанное и обнаруженное экспериментально наличие сильного внутрискристаллического электрического поля, действующего на нейтрон при дифракции в нецентросимметричном кристалле.

Важное место в ряду уже перечисленных явлений занимает эффект упругой квазимозаичности, теоретически предсказанный и экспериментально подтвержденный О.И. Сумбаевым. Этот эффект позволил, с одной стороны, путем выбора соответствующих кристаллографических плоскостей и радиусов изгиба кристаллов в пределах нескольких порядков увеличить светосилу рентгеновских спектрометров по Кошуа, в частности сделать доступными наблюдение малых энергетических сдвигов рентгеновских линий, несущих важную информацию об электронной структуре химических соединений; с другой стороны, за счет минимизации угловой ширины упругой квазимозаики кристалла, на четырехметровом кристалл-дифракционном гамма-спектрометре по Кошуа (ГСК-2М), установленном на реакторе, получить рекордное значение угловой полуширины гамма-линии, равное (0,2 угл. сек.). На этом спектрометре впервые с таким разрешением измерен сложнейший гамма-спектр активной зоны реактора в диапазоне 95÷250 кэВ.

Приведенные примеры показывают, что поиск новых явлений при дифракции на монокристаллах могут привести как к созданию новых направлений в исследованиях, так и к существенному прогрессу в области уже существующих.

## Основная цель работы

Теоретическое и экспериментальное исследование особенностей дифракции рентгеновского излучения на идеальных монокристаллах, в частности исследование эффектов пьезоквазимозаичности и право-левой асимметрии, а также эффекта дифракционной фокусировки. Эти эффекты могут существенно влиять на характеристики кристалл-дифракционных приборов и должны учитываться при работе действующих приборов или могут быть использованы с целью создания новых для повышения их светосилы и разрешающей способности.

## Научная новизна

### 1. Эффект пьезоквазимозаичности.

Экспериментально показано существенное увеличение интенсивности отражения рентгеновского излучения от монокристаллических кварцевых пластин, помещенных в сильное электрическое поле ( $E \cong 6 \cdot 10^4$  В/см). Для однокристалльного рентгеновского дифрактометра типа Лауэ или фокусирующего спектрометра по Кошуа это увеличение составило около 7 раз, для двухкристалльного типа Лауэ-Лауэ – приблизительно в 25 раз.

Показано, что эффект возникает при неоднородной пьезоэлектрической деформации отражающих плоскостей кристалла под действием меняющегося по толщине электрического поля. По аналогии с эффектом квазимозаичности это явление названо эффектом пьезоквазимозаичности.

Проведен расчет ответственных за деформацию пьезоэлектрических коэффициентов для ряда плоскостей кварца.

Обнаружено существование эффекта памяти в монокристаллической кварцевой пластине, обусловленного зависимостью скорости роста интенсивности отражения рентгеновских лучей от дозы облучения.

### 2. Право-левая асимметрия при дифракции рентгеновского излучения на упруго изогнутом монокристалле.

В геометрии фокусирующего спектрометра по Кошуа экспериментально измерен параметр право-левой асимметрии  $\eta$  (отношение интегральных интенсивностей дифракционной линии справа и слева относительно прямого пучка) для рентгеновских  $K_{\alpha_1}$ -линий Хе, Cd, Мо, Rb.

Показано, что величина  $\eta$  для  $K_{\alpha_1}$ -линий этих элементов может достигать  $\sim 10$ . В рамках эйкональной теории Като проведен расчет параметра асимметрии.

### 3. Дифракционная фокусировка рентгеновского излучения изогнутым идеальным кристаллом.

При помощи теории Като были получены простые аналитические выражения для расчета углового и пространственного распределений интенсивности дифрагирующего на идеальном изогнутом кристалле рентгеновского излучения. При выводе выражений учитывался эффект упругой квазимозаичности.

Эксперимент, проведенный в геометрии двухкристального рентгеновского дифрактометра типа Лауэ-Лауэ, показал согласие с расчетом. Обнаружено наличие эффектов, связанных с дифракционной фокусировкой. С учетом явления дифракционной фокусировки в качестве приложения проведены расчеты: фокусирующего дифракционного спектрометра по Кошуа, фокусировки «точка в точку», фокусировки «точка – параллельный пучок».

Показано, что при определенных условиях угловая ширина кривой отражения может быть меньше брэгговской ширины, часто рассматриваемой как предел разрешения рентгеновских спектрометров.

### **Практическая ценность**

На основе эффекта пьезоквазимозаичности может быть предложен новый метод плавного изменения угловой ширины кривой отражения, позволяющий оптимизировать условия эксперимента при работе с излучением различной природы (т.е. с разной физической шириной). Эффект памяти в кристаллах кварца, основанный на явлении пьезоквазимозаичности, может быть использован для создания позиционно-чувствительного детектора ионизирующего излучения.

Эффект право-левой асимметрии должен учитываться при практическом использовании фокусирующих дифракционных спектрометров, особенно если в работе применяется метод сравнения право-левых профилей, а также если прибор имеет одну рабочую сторону.

Соотношения, полученные при теоретическом рассмотрении явления дифракционной фокусировки рентгеновских лучей, позволяют написать достаточно строгую и вместе с тем простую динамическую теорию фокусирующего дифракционного спектрометра по Кошуа. Применение этой теории может быть рекомендовано для практических расчетов дифракционной картины в области «мягких» рентгеновских лучей ( $E \leq 20$  кэВ).

Реализация фокусировки «точка – параллельный пучок» может быть полезной в тех случаях, где необходима малая угловая расходимость пуч-

ка, например, в космических исследованиях или для прикладных задач, таких как определение степени совершенства монокристаллов.

### **На защиту выносятся следующие результаты:**

1. Экспериментальное обнаружение эффекта пьезоквазимозаичности.
  - 1.1. Показано существенное увеличение интенсивности отражения рентгеновского излучения от монокристаллов кварца, находящихся в сильном электрическом поле ( $E \cong 6 \cdot 10^4$  В/см). Это увеличение составило:
    - а) для однокристалльного дифрактометра с плоским кристаллом  $\sim 7$  раз;
    - б) для двухкристалльного дифрактометра с плоскими кристаллами  $\sim 25$  раз;
    - в) для фокусирующего спектрометра по Кошуа (при  $k=0$ )  $\sim 7$  раз.
  - 1.2. Показано, что эффект обусловлен неоднородной пьезоэлектрической деформацией (поворотом) отражающих плоскостей под действием меняющегося по толщине электрического поля. Получено согласие с экспериментом. Проведены расчет ответственного за деформацию пьезоэлектрического коэффициента  $d_{16}$  для ряда плоскостей кварца и расчет зависимости этого коэффициента от угла поворота выреза кристалла относительно вектора обратной решетки.
  - 1.3. Обнаружено существование эффекта памяти в монокристаллической кварцевой пластине, основанного на зависимости скорости роста интенсивности отражения рентгеновских лучей от дозы облучения. Получены «положительное» и «отрицательное» изображения объекта с последующей возможностью стирания и воспроизведения. Предлагаются возможные практические приложения эффекта – например, использовать кварцевую кристаллическую пластину в качестве позиционно-чувствительного детектора.
2. Обнаружена право-левая асимметрия при дифракции рентгеновского излучения на упруго изогнутом монокристалле, обусловленная анизотропией.
  - 2.1. В геометрии фокусирующего спектрометра по Кошуа экспериментально измерен параметр право-левой асимметрии  $\eta$  (отношение интегральных интенсивностей дифракционной линии справа и слева относительно вектора дифракции) для  $K_{\alpha_1}$  –рентгеновских линий Хе, Cd, Мо, Rb. Показано, что величина  $\eta$  для  $K_{\alpha_1}$  –линий этих элементов может достигать  $\sim 10$ . Проведен контрольный опыт, подтверждающий

зависимость эффекта от коэффициента изгиба отражающих плоскостей кристалла.

2.2. В рамках эйкональной теории проведен теоретический расчет эффекта. Получено удовлетворительное согласие с экспериментом.

3. Обнаружен эффект дифракционной фокусировки рентгеновского излучения изогнутым идеальным кристаллом.

3.1. В геометрии двухкристалльного дифрактометра типа Лауэ-Лауэ изучено угловое распределение интенсивности дифрагированного на идеальном изогнутом кристалле рентгеновского излучения ( $K_{\alpha_1}$  Mo).

Показано наличие эффектов, связанных с явлением дифракционной фокусировки при изгибе отражающих плоскостей кристалла, обусловленном анизотропией.

3.2. Расчет, проведенный по эйкональной теории Като, показал количественное совпадение с экспериментом.

3.3. С учетом явления дифракционной фокусировки в качестве приложения проведены расчеты: фокусирующего дифракционного спектрометра по Кошуа, фокусировки «точка в точку», фокусировки «точка – параллельный пучок».

3.4. Показано, что при определенных условиях ширина кривой отражения может быть меньше брэгговской ширины, часто рассматриваемой как предел разрешения рентгеновских дифрактометров.

### **Апробация работы**

Основные результаты данной работы были опубликованы в семи статьях, двух препринтах ПИЯФ. По материалам, изложенным в диссертации, получено авторское свидетельство на изобретение №713288.

### **2. Краткое содержание диссертации, структура и объем работы**

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, приложения и списка литературы (112 страниц, 30 рисунков).

**Во введении** проводится краткий обзор кристалл-дифракционных методов в физических исследованиях. Основное внимание уделяется работам в Петербургском институте ядерной физики, который является лидером в области применения кристалл-дифракционных методов исследований в нашей стране.

Отдельно обсуждается эффект упругой квазимонохромности, как один из наиболее важных эффектов при дифракции излучения на изогнутых монокристаллах, его влияние на светосилу и разрешение кристалл-дифракционных приборов.

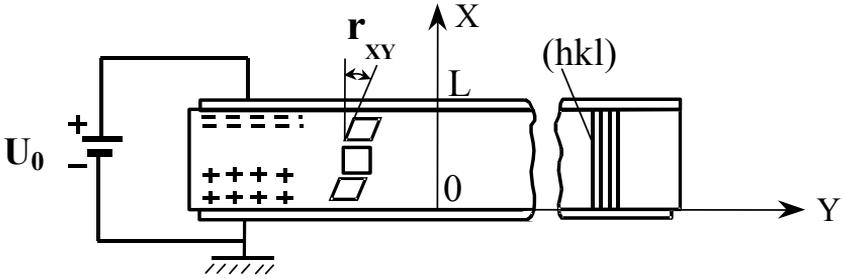
**В первой главе** приведены основные соотношения теории дифракции рентгеновских лучей на монокристаллах. Рассмотрено кинематическое и динамическое приближение теории. Описаны основные черты модели идеально-мозаичного кристалла, являющейся основой построения кинематической теории. Приведены выражения для коэффициента отражения и формы дифракционной линии, выведенные в рамках этой модели.

Более подробно изложена динамическая теория рассеяния рентгеновских лучей на монокристаллах. Определены основные понятия теории и принципы ее построения, основанные на уравнениях Максвелла. Детально рассмотрен случай двухволновой дифракции. Особое внимание уделено изложению эйкональной теории Като. Приведены уравнения траекторий лучей в упруго деформированном кристалле, а также выражения для разности фаз вдоль траекторий отраженного дифрагированного пучка и выражения для расчета интенсивностей этого пучка.

**Вторая глава** посвящена исследованию особенностей дифракции рентгеновского излучения на кварцевых кристаллах, помещенных в сильное электрическое поле ( $E \cong 6 \cdot 10^4$  В/см). Она состоит из двух частей. В первой части дана теория эффекта, названного по аналогии с эффектом упругой квазимозаичности эффектом пьезоквазимозаичности.

Известно, что кварц обладает пьезоэлектрическими свойствами. Если использовать кварцевую пластину в качестве кристалла дифракционного спектрометра и поместить ее в электрическое поле, то за счет пьезоэффекта возникнут деформации пластины, а следовательно, будут деформироваться отражающие плоскости. Величина деформации отражающих плоскостей будет зависеть от величины прилагаемого к кристаллу электрического напряжения и от значения пьезоэлектрического коэффициента. Изменяя эти величины, можно плавно регулировать степень деформации отражающих плоскостей кристалла в спектрометре.

Рассмотрим плоскопараллельную монокристаллическую пластину из  $\alpha$ -кварца толщиной  $L$ , вырезанную так, что отражающие плоскости ( $hkl$ ) совпадают с нормальными поперечными сечениями пластины, помещенную между обкладками, на которые подаётся постоянное электрическое напряжение (рис. 1).



**Рис. 1.** Кварцевая пластина с отражающими плоскостями  $(hkl)$  в электрическом поле.

В случае одномерной плоской задачи деформации, которые непосредственно влияют на форму плоскости  $(hkl)$ , есть деформации сдвига:

$$r_{XY} = d_{16} \cdot E_X \equiv -d_{16} \cdot \frac{dV(X)}{dX},$$

где  $d_{16}$  – компонент матрицы пьезоэлектрических коэффициентов,  $V(X)$  – распределение потенциала по толщине пластины,  $E_X = -\frac{dV(X)}{dX}$  – напряженность электрического поля. С другой стороны, по определению

$r_{XY} = \frac{dY}{dX}$ , и тогда уравнение плоскости в координатах пластины

$Y = -d_{16} \cdot V(X)$ , т.е. форма плоскости, искривленной в неоднородном электрическом поле, подобна виду функции  $V(X)$ . Опираясь на экспериментальные данные, полученные А.Ф. Иоффе при изучении им распределения потенциала по толщине кварцевой пластины для уравнения плоскости, можно получить выражение

$$Y = -d_{16}U_0 \left( \frac{X}{L} + \frac{1}{2\pi} \sin \frac{2\pi}{L} X \right).$$

При дифракции рентгеновского излучения на плоскостях, деформированных в электрическом поле, угловая область отражения будет определяться максимальным углом между касательными к отражающей плос-

кости в кристалле (как и в случае изгиба плоскости при упругой деформации кристалла).

В рассмотренном случае величина этой области  $\Phi \equiv \frac{2d_{16}U_0}{L}$ . Если

выполнено условие  $L \gg t_e$  ( $t_e$  – длина экстинции), то отношение интегральных интенсивностей для кристалла в электрическом поле и для кристалла без поля равно отношению угловых ширин при отражении:  $\frac{\Phi}{\omega_g}$ ,

где  $\omega_g$  – полуширина углового распределения блоков мозаики кристалла.

При больших электрических полях эта величина может стать весьма существенной. Так, для кристалла толщиной  $L = 0,5$  мм и  $U_0 = 3000$  В,

$d_{16}(130) = 1,5 \cdot 10^{-10}$  см/В,  $\omega_g \approx 0,7''$ , область отражения  $\Phi = 3'',7$ , и тогда

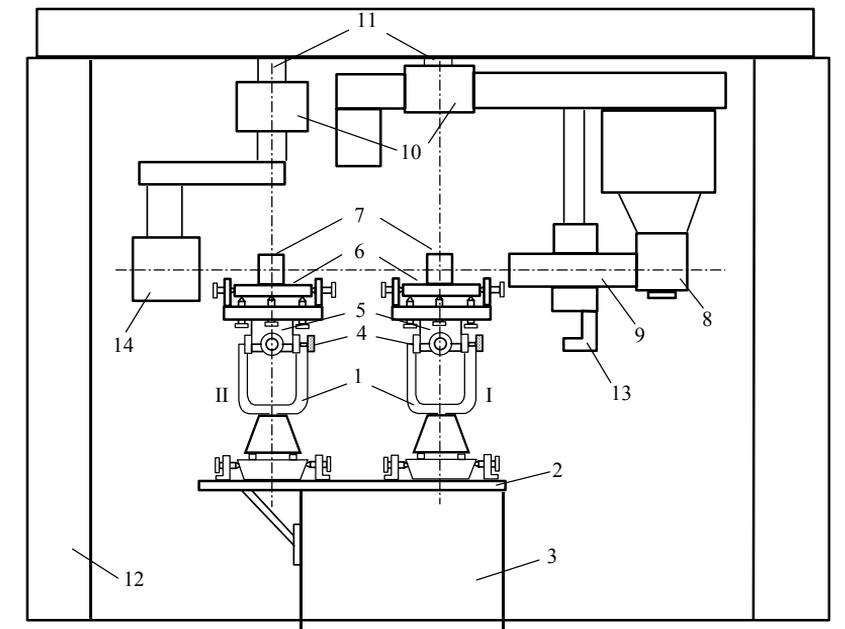
$\frac{I(3000\text{В})}{I(0\text{В})} = \frac{3'',7}{0'',7} \approx 5$ . Особенно существенным такой выигрыш может

быть при работе двухкристального спектрометра, т.к. при этом интегральный коэффициент отражения пропорционален произведению интегральных коэффициентов для каждого кристалла.

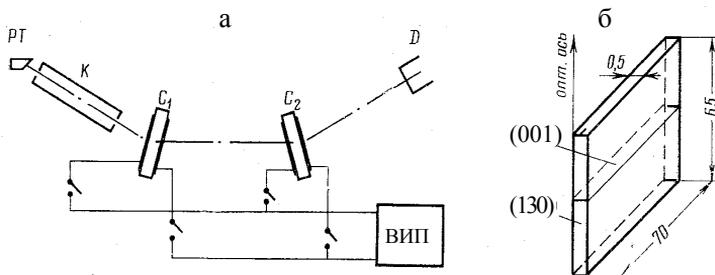
Во второй части первой главы приводятся краткие сведения о работе двухкристальных рентгеновских дифрактометров: их типы и возможные варианты расположения кристаллов.

Подробно описана конструкция двухкристального рентгеновского дифрактометра, на котором проводился эксперимент (рис. 2), а также показана использованная схема измерений (рис. 3).

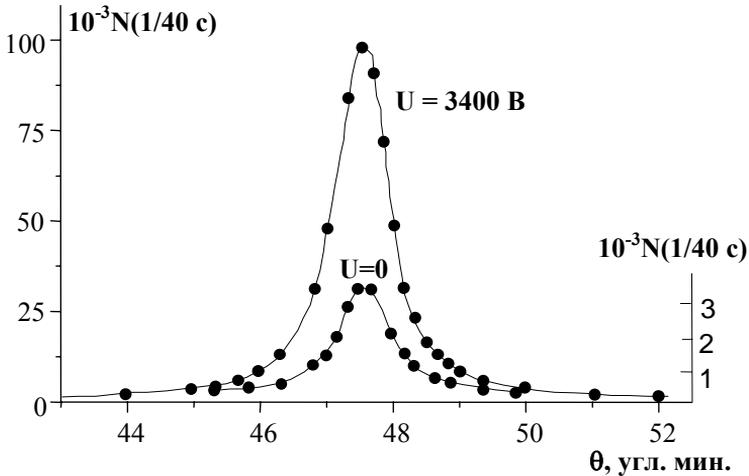
Приведено описание проводимых опытов. Показано, что увеличение скорости счета в максимуме двухкристальной линии при подаче напряжения на кристалл линейно зависит от величины напряжения и не зависит от его полярности. Продемонстрировано существенное увеличение светосилы двухкристального рентгеновского дифрактометра, достигаемое за счет эффекта пьезоквазимозаичности, без потери энергетического разрешения (рис. 4).



**Рис. 2.** Двухкристальный дифрактометр. 1 – теодолиты; 2 – стальная плита; 3 – бетонный фундамент; 4 – алидада вертикального круга теодолита; 5 – кронштейны; 6 – стеклянные столики; 7 – кристаллы; 8 – рентгеновская трубка; 9 – коллиматор; 10 – узлы поворота; 11 – подвеска; 12 – цилиндрическая опора; 13 – сетка полного внутреннего отражения с подсветкой; 14 – детектор.



**Рис. 3.** а) Схема измерений на двухкристальном рентгеновском дифрактометре, б) размеры кристаллов  $C_1$  и  $C_2$  и ориентация отражающих плоскостей относительно оптической оси моноблока.



**Рис. 4.** Рентгеновская линия  $K_{\alpha_1}$  Мо, полученная на двухкристальном дифрактометре при напряжении  $U_0=3400$  В на обоих кристаллах (левая шкала) и при  $U_0 = 0$  В (правая шкала),  $\theta$  – относительный угол поворота кристалла  $C_2$ . Отражение (130).

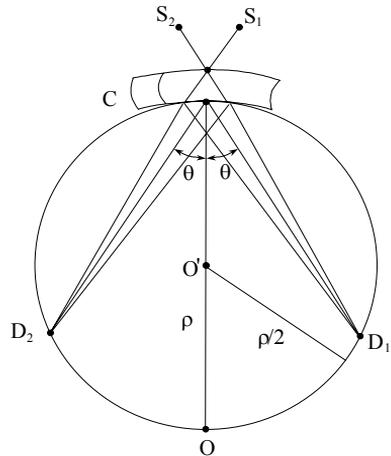
Изучены временные характеристики явления. Показано, что время формирования зарядовых слоев в кристаллах при приложении к кристаллам постоянного электрического напряжения составляет несколько часов, а время релаксации, т.е. время возвращения кристалла к исходному состоянию после снятия напряжения, может достигать при нормальных условиях нескольких суток. Время релаксации в сильной степени зависит от внешних условий и может быть существенно уменьшено, в частности, при облучении кристалла внешним излучением (рентгеновским, гамма и т.д.). Проведя избирательное облучение отдельных участков кристалла, например, через маску, и убрав последнюю, можно, поставив кристалл в дифрактометр, с помощью узкого «читающего» пучка получить изображение этой маски. Другими словами, такой кристалл обладает памятью. Один из параграфов диссертации специально посвящен изучению этого вопроса: получены «положительные» и «негативные» изображения маски.

Исследовано совместное влияние на дифракцию рентгеновского излучения эффекта пьезоквазимозаичности и эффекта упругой квазимозаичности. Исследование проводилось на двухметровом фокусирующем

спектрометре по Кошуа. Показано, что за счет эффекта пьезоквизимозачности можно, в зависимости от полярности прикладываемого к кристаллу напряжения, либо увеличить, либо уменьшить кривизну плоскости, существующую при упругом изгибе кристалла и, соответственно, изменять интенсивность отражения.

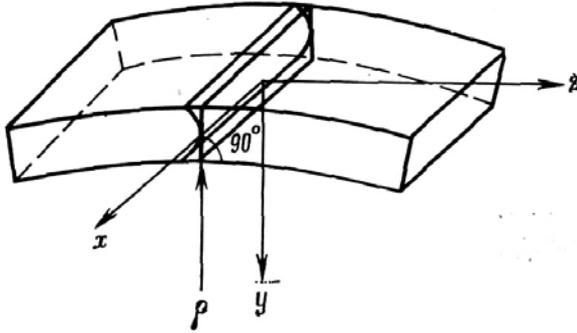
**В третьей главе** приведены результаты экспериментального исследования эффекта право-левой асимметрии при дифракции рентгеновского излучения в поглощающих кристаллах. Эффект заключается в различии интегральных интенсивностей дифракционных линий справа и слева относительно вектора дифракции.

**Рис. 5.** Схема фокусирующего дифракционного спектрометра по Кошуа, для которого в данной работе исследуется право-левая асимметрия. Здесь  $S$  – источник излучения,  $C$  – монокристаллическая пластинка, изогнутая по цилиндру с центром в точке  $O$  и радиусом  $\rho$ . Фокусировка происходит на фокальном круге с центром в точке  $O'$  и с радиусом  $\rho/2$ ;  $O$  – точка пересечения продолжений отражающих плоскостей, совпадающих с нормальными поперечными сечениями,  $D_1, D_2$  – положения детектора.



Эксперимент проводился в геометрии фокусирующего дифракционного спектрометра по Кошуа (рис. 5). В качестве кристалла использовалась монокристаллическая кварцевая пластина толщиной 1,6 мм, вырезанная так, что отражающие плоскости (011) совпадали с нормальными поперечными сечениями. Ориентация выреза пластины в плоскости (011) обеспечивала коэффициент изгиба отражающих плоскостей  $k = 0,88 \cdot 10^{-4} \text{ см}^{-1}$  при радиусе изгиба кристалла  $\rho = 2 \text{ м}$  (рис. 6). Экспериментально был измерен параметр асимметрии  $\eta$  (отношение площадей дифракционных линий в правом и левом положениях прибора) для  $K_{\alpha_1}$ -линии рентгеновского спектра ряда элементов: Xe, Cd, Mo, Rb. Для того чтобы учесть влияние возможных неточностей юстировок прибора или нестабильности рентгеновского аппарата во время основных измерений, использовались реперы

в виде относительно более жестких рентгеновских  $K_{\alpha_1}$  – линий Yb и Sm, положения которых в третьем порядке дифракции были весьма близки, соответственно,  $K_{\alpha_1}$  Mo ( $\Delta\theta_B = 20''$ ) и  $K_{\alpha_1}$  Rb ( $\Delta\theta_B = 50''$ ). Реперные линии находятся в области мозаичного кристалла (область приближения случайных фаз), и для них ожидаются заведомо симметричные условия ( $\eta \equiv 1$ ).



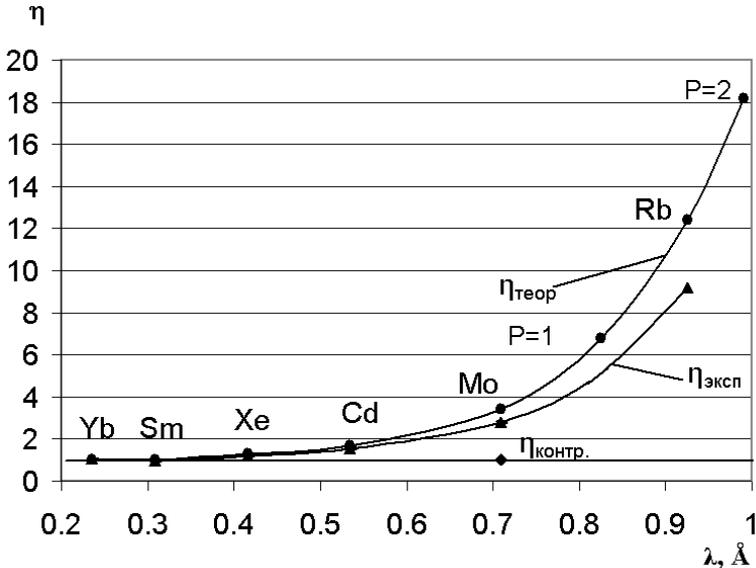
**Рис. 6.** Изгиб нормальных поперечных сечений в упруго изогнутой анизотропной кристаллической пластине;  $\rho$  – радиус цилиндра, по которому изогнута пластина. Нормальные поперечные сечения изгибаются по параболическим поверхностям.

Результаты измерений  $\eta_{\text{эксп}}$  приведены на рис. 7. На этом же рисунке приведены значения  $\eta_{\text{T}}$ , рассчитанные по теории Като. Согласно этой теории, выражение для  $\eta$  должно быть записано в виде

$$\eta = \frac{\int_{-1}^1 I_g^{(1)} e^{2S_g^i} dt + \int_{-1}^1 I_g^{(2)} e^{-2S_g^i} dt}{\int_{-1}^1 I_g^{(1)} e^{-2S_g^i} dt + \int_{-1}^1 I_g^{(2)} e^{2S_g^i} dt}, \quad (1)$$

где  $I_g^{(1)}$ ,  $I_g^{(2)}$  – интенсивности существенной и несущественной мод,

$S_g^i$  – мнимый эйконал. Интегрирование ведется вдоль выходной грани кристалла в пределах палатки Бормана.



**Рис. 7.** Зависимость параметра асимметрии  $\eta$  от длины волны исследуемого излучения.

Величина  $\eta$  оказывается зависящей от параметров

$$\alpha = \frac{\cos \theta \cdot \pi \cdot V}{\cos \pi^* \cdot \lambda \cdot r_e \cdot d \cdot F_g^r} \cdot k \cdot L; \quad P = \frac{\cos \pi^* \cdot \varepsilon \cdot \mu_{\text{лин}} \cdot L}{\alpha \cdot \cos \theta},$$

где  $\lambda$  – длина волны излучения,  $r_e$  – классический радиус электрона,  $F_g^r$  – реальный структурный фактор отражающих плоскостей,  $L$  – толщина кристалла,  $V$  – объем элементарной ячейки кристалла,  $\mu_{\text{лин}}$  – линейный коэффициент поглощения излучения в кристалле,  $\varepsilon$  – отношение мнимых структурных факторов (мнимых амплитуд рассеяния под углом Брэгга и вперед),  $\cos \pi^*$  – фактор, зависящий от поляризации и равный единице или  $\cos 2\theta$ .

В общем случае вычисление  $\eta$  проводилось численным интегрированием при следующих значениях величин:  $d = 3,343 \text{ \AA}$ ;  $F_g^r = 37,5$ ;

$\varepsilon = 0,695$ ;  $V = 113 \text{ \AA}^3$ ,  $\cos\pi^* = 1$ . Вычисление  $\mu_{\text{лин}}$  проводилось по стандартным формулам, исходя из табличных значений атомных факторов рассеяния. При  $P = 1$  и  $P = 2$  для  $\eta$  можно получить точные аналитические выражения. Для  $P = 1$  выражение (1) будет иметь простой вид:

$$\eta(\alpha, 1) = 1 + 2\alpha^2.$$

Из (1) следует, что при  $k=0$   $\eta = 1$ , т.е. эффект право-левой асимметрии отсутствует для неизогнутых отражающих плоскостей кристалла, что было подтверждено контрольным опытом с кристаллом, вырезанным так, что коэффициент изгиба его отражающих плоскостей был близок к нулю.

Таким образом, при дифракции рентгеновского излучения на поглощающих кристаллах с изогнутыми отражающими плоскостями присутствует выраженный эффект право-левой асимметрии ( $\eta \sim 10$ ).

Эффект следует учитывать при практическом использовании фокусирующих дифракционных приборов, особенно, если в работе применяется метод сравнения право-левых профилей линий. Следует отметить также высокую чувствительность асимметрии к малым деформациям. В описанном эксперименте радиус изгиба отражающих плоскостей кристалла  $\rho_{\text{пл}} \approx 57 \text{ м}$ .

**Четвертая глава** посвящена исследованию пространственного и углового распределения интенсивности пучка рентгеновских лучей при динамической дифракции на упруго изогнутых кристаллах. Особый интерес представляет распределение интенсивности лучей за выходной поверхностью кристалла, так как в этом случае в картине дифракции появляется ряд особенностей, связанных с эффектом дифракционной фокусировки.

Траектории распространения дифрагированных лучей за выходной поверхностью кристалла зависят от отклонения луча от точного брэгговского направления (см. рис. 8). Величина этого отклонения,  $\Delta\theta_{\Sigma}$ , с учетом изгиба палатки Бормана может быть получена в рамках эйконоальной теории Като:

$$\Delta\theta_{\Sigma} = \frac{LX}{Z} \left( (\pm) \frac{\text{tg}\theta}{\rho} \pm k \frac{\tau}{\sigma} \right), \quad (2)$$

где  $X$  и  $Z$  – безразмерные координаты Като;

$$X = \left( \frac{f}{m_0} \right) \cdot \frac{x}{\operatorname{tg} \theta}, \quad Z = \left( \frac{f}{m_0} \right) \cdot L, \quad \sigma = \frac{1}{2} (Z^2 - X^2),$$

$$\tau = \frac{1}{2} [(Z^2 - X^2 + 4)(Z^2 - X^2)]^{1/2},$$

$$f = \frac{2\pi}{d} \cdot \frac{k}{\operatorname{tg} \theta}; \quad m_0 \equiv 2r_e d (F_g F_{\bar{g}})^{1/2} V^{-1} \cos \pi^*.$$

Знаки «+» или «-» перед первым слагаемым индексируют направление изгиба кристалла (знак «+» отвечает ситуации, когда кристалл обращен к детектору вогнутой стороной), знаки «+» или «-» перед вторым слагаемым относятся к  $\alpha$ - или  $\beta$ -ветвям.

Теперь легко найти координату  $\xi$  точки пересечения лучом  $x$ ,  $L$  (или  $X$ ,  $Z$  в безразмерных координатах Като) (см. рис. 8), перпендикулярного оси  $\eta$  экрана, удаленного на расстояние  $\eta$  от кристалла. При  $\eta \gg x$  и малых  $\Delta\theta_\Sigma$

$$\xi(X, \eta) = \frac{LX}{Z} \left( \sin \theta - \frac{\eta}{\rho} \cdot \operatorname{tg} \theta \mp k \eta \frac{\tau}{\sigma} \right) \quad (3)$$

знаки «-» и «+» во втором слагаемом относятся к  $\alpha$ - и  $\beta$ -ветвям, соответственно. Рассматривается случай, когда кристалл обращен к детектору вогнутой стороной.

Распределение интенсивности дифрагированного пучка на выходной поверхности кристалла имеет вид

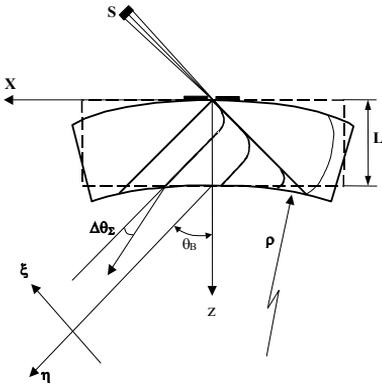
$$\frac{dI}{dX} = \frac{N}{4\pi} \exp \left\{ -\frac{\mu L}{\cos \theta} \right\} e^{2S_g^i} \Delta \varphi_B \omega_B \frac{1 + \sigma \pm |\tau|}{8|\tau|} = C \frac{1 + \sigma \pm |\tau|}{|\tau|} \cdot e^{2S_g^i}, \quad (4)$$

где  $N$  – активность источника,  $\Delta \varphi_B$  – вертикальная расходимость пучка,

$$S_g^i = \pm \frac{P}{2} \operatorname{arcsinh} \left( \frac{\sigma}{2} \right)^{1/2} - \text{мнимый эйконал.}$$

С помощью соотношений (2), (3), (4) можно рассчитать форму рефлекса на произвольно удаленном экране  $\frac{dI}{d\xi} = f_1(\xi)$  и распределение по

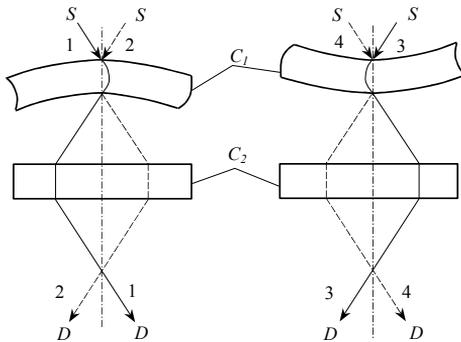
углам интенсивности в дифрагированном пучке  $\frac{dI}{d\Delta\theta_\Sigma} = f_2(\Delta\theta_\Sigma)$ .



**Рис. 8.** Дифракция рентгеновского излучения, испущенного источником  $S$ , расположенным вблизи входной грани изогнутой по цилиндру с радиусом  $\rho$  монокристаллической пластины толщиной  $L$  с отражающими плоскостями, совпадающими до изгиба с нормальными поперечными сечениями.

Экспериментальная проверка изложенной выше теории проводилась в геометрии двухкристального дифрактометра типа Лауэ-Лауэ при параллельном расположении кристаллов.

На рис. 9 приведена схема проводимых опытов, показаны положения кристаллов и источника (1÷4), а также направление изгиба отражающих плоскостей. Источником служил анод рентгеновской трубки, коллимированной щелью 20 мкм на входной поверхности кристалла. Измерения проводились для рентгеновской линии  $K_{\alpha_1}$  Мо ( $\lambda = 0,709 \text{ \AA}$ ). Исследуемый кристалл  $C_1$  – кристалл фокусирующего спектрометра по Кошуа, описанного в третьей главе.



**Рис. 9.** Схема измерений.

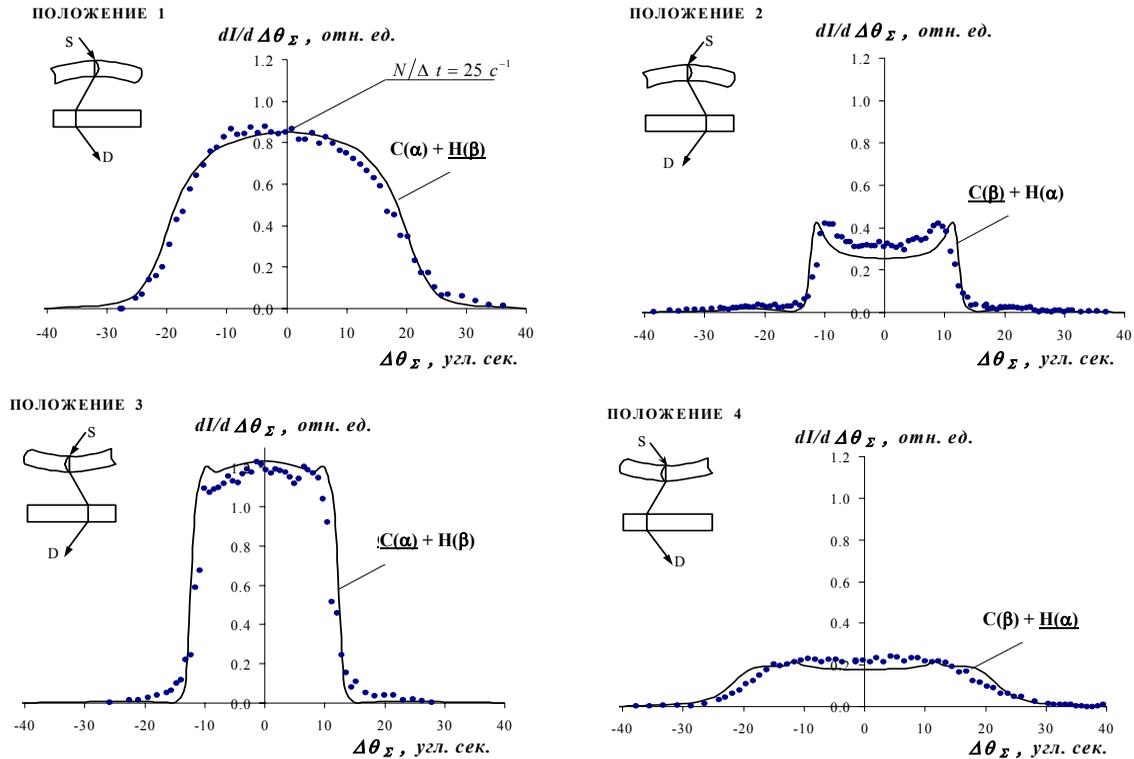


Рис. 10. Угловое распределение интенсивности дифрагированного пучка.

Кристалл  $C_2$  (анализатор) тождественен кристаллу  $C_1$ , но он оставался плоским, и использовалось отражение от плоскостей  $(0\bar{1}1)$ , обладающих тем же межплоскостным расстоянием ( $d = 3,343 \text{ \AA}$ ), но за счет меньшего структурного фактора имеющих более узкую брэгговскую ширину, определяющую угловое разрешение прибора.

Результаты измерений и расчета распределения  $\frac{dI}{d\Delta\theta_\Sigma}$  в положениях (1÷4) представлены на рис. 10. Экспериментальные точки в целом хорошо соответствуют теоретическим кривым. Количественное сравнение сделано в таблице для ширин на половине высоты ( $\Delta_{1/2}$ ) и относительных интенсивностей при  $\Delta\theta_\Sigma = 0$ .

### Сравнение теоретических и экспериментальных ширин и интенсивностей дифракционных линий

		$\Delta_{1/2}$ , угл. сек.	$I_i(0)/I_1(0)$
Положение 1	теор.	37,6	1
	эксп.	$37 \pm 1$	1
Положение 2	теор.	23,4	0,31
	эксп.	$24 \pm 1$	$0,37 \pm 0,04$
Положение 3	теор.	23,4	1,54
	эксп.	$23 \pm 1$	$1,4 \pm 0,1$
Положение 4	теор.	43,5	0,21
	эксп.	$40 \pm 1$	$0,25 \pm 0,02$

При сравнении с экспериментом было учтено конечное угловое разрешение анализирующего плоского кристалла  $C_2$  (рис. 9), определяемое его брэгговской шириной  $\omega_B = 1.9''$ .

Проявление дифракционной фокусировки заключается в возникновении в некоторой области у основания палатки Бормана компенсации дифракционного и обусловленного изгибом выходной поверхности приращений угла отклонения от брэгговского направления.

Соотношения (2), (3), (4) позволяют написать достаточно строгую динамическую теорию фокусирующего спектрометра по Кошуа, а также предложить различные варианты других дифракционных устройств, основанных на явлении дифракционной фокусировки. В качестве примеров в диссертации рассмотрены: фокусировка «точка» и фокусировка «точка – параллельный пучок».

При фокусировке «точка – параллельный пучок» расходимость пучка может быть существенно меньше дифракционной (брэгговской) ширины, часто рассматриваемой как предел разрешения дифракционных приборов.

**В заключении** приведены основные результаты данной работы.

**В приложении** представлены расчеты пьезоэлектрического коэффициента  $d_{16}$  для ряда кристаллографических плоскостей кварца, часто используемых в кристалл-дифракционных приборах в качестве рабочих плоскостей.

#### **Основные результаты диссертации опубликованы в работах:**

1. Е.Г. Лапин, В.М. Самсонов, Г.П. Солодов, О.И. Сумбаев, А.В. Тюнис. Эффект пьезоквазимозаичности при дифракции рентгеновского излучения. Препринт ЛИЯФ–250, Ленинград, (1976) 29 с.
2. Е.Г. Лапин, В.М. Самсонов, Г.П. Солодов, О.И. Сумбаев, А.В. Тюнис. Эффект пьезоквазимозаичности при дифракции рентгеновского излучения. ЖЭТФ, **73**, вып. 3, 1016-1024 (1977).
3. Ю.С. Грушко, Е.Г. Лапин, О.И. Сумбаев, А.В. Тюнис. Правовая асимметрия при дифракции на упруго изогнутом монокристалле, обусловленная анизотропией. ЖЭТФ, **74**, вып. 6, 2280-2285 (1978).
4. О.И. Сумбаев, Е.Г. Лапин. Дифракционная фокусировка изогнутым идеальным кристаллом. ЖЭТФ, **78**, вып. 2, 802-812 (1980).
5. В.Л. Алексеев, Е.Г. Лапин, Е.К. Леушкин, В.Л. Румянцев, О.И. Сумбаев, В.В. Федоров. Гравитационный эффект при дифракции нейтронов на изогнутом кварцевом монокристалле. ЖЭТФ, **94**, 371-383 (1988).

6. В.Л. Алексеев, В.В. Воронин, Е.Г. Лапин, Е.К. Леушкин, В.Л. Румянцев, О.И. Сумбаев, В.В. Федоров. Измерение сильного электрического внутрикристалльного поля в швингеровском взаимодействии дифрагирующих нейтронов. *ЖЭТФ*, **96**, 1921-1926 (1989).
7. V.V. Fedorov, V.V. Voronin, E.G. Lapin and O.I. Sumbaev. New possibilities for neutron EDM search using diffraction by crystal without a centre of symmetry. *Physica* **B234-236** (1997) 8-9.
8. V.V. Fedorov, E.G. Lapin, E. Lelievre-Berna, V. Nesvizhevsky, A. Petoukhov, S.Yu. Semenikhin, T. Soldner, F. Tasset, V.V. Voronin. First Observation of the Neutron Spin Rotation for Laue Diffraction in a Deformed Non-centrosymmetric Crystal. Preprint PNPI-2677, Gatchina, (2006) 16 p.
9. В.В. Федоров, И.А. Кузнецов, Е.Г. Лапин, С.Ю. Семенихин, В.В. Воронин. Neutron Laue diffraction in a weakly deformed crystal at the Bragg angles close to  $\pi/2$ . *Письма в ЖЭТФ*, **85** (1) 90-93 (2007).