

АПРИОРНАЯ ИНФОРМАЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСТРУКТУРЫ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ ПРИ АНАЛИЗЕ РАСШИРЕННОГО РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННОГО ПРОФИЛЯ

В. А. ТРУБИН

Кафедра физики твердого тела,
Будапештский университет им. Этвеша Лоранда, Н-1445, Будапешт

Abstract

Distributions measured in X-ray diffraction experiments are often distorted or transformed by limited acceptance and finite resolution of the detectors. The unfolding of measured distributions is an important, but due to inherent instabilities a very difficult problem. Methods for unfolding, applicable for the analysis of X-ray diffraction line profile, their properties, a-priori information and accuracy are discussed. Acceptable unfolding results were obtained by regularization methods, which suppressed the spurious oscillatory component in the solution. Regularization can be interpreted as the use of certain a-priori information on the degree of smoothness of the true solution.

Введение

Физическое расширение дифракционной линии зависит от двух факторов: размера блоков и величины микродеформации. Поскольку для нахождения двух неизвестных необходимы два уравнения, то в качестве априорной информации могут быть использованы два порядка отражения дифракционной линии. С использованием метода статистической регуляризации для решения интегрального уравнения Фредгольма I-ого рода, характерного для нахождения функции истинного физического уширения (ФИФУ). Система уравнений может быть разрешена относительно характеристик тонкой структуры.

В настоящей работе описана методика нахождения коэффициентов Фурье, учитывающая случайные ошибки, I-ый и II-ой порядок отражения, априорную информацию о неотрицательности восстанавливаемой ФИФУ, определяется размер мозаичных блоков и величина относительной микродеформации учетом суммарного эффекта от дисперсности и микроискажений.

Суть определения тонкой структуры деформированных поликристаллов методом статистической регуляризации заключается в том, что производится восстановление ФИФУ с помощью этого метода, определяются коэффициенты Фурье дифракционной кривой образца от «раз-

мытой» линии, а также соответствующей кривой от эталонной линии. Эталонная линия получается от объекта, не дающего дифракционного расширения линии и обладает лишь так называемой инструментальной шириной. По этим данным и восстановленной функции истинного физического уширения определяются коэффициенты Фурье кривой «истинного» дифракционного уширения. По величинам этих коэффициентов можно определять следующие структурные характеристики:

- а) происхождение размытия линии, т. е. наличие мелкодисперсности или искажений кристаллической решетки;
- б) средний размер кристаллов и функцию распределения кристаллов по размерам при наличии эффектов мелкодисперсности;
- в) величину микродеформации решетки, а также величину и распределения микронапряжений.

Задача определения параметров тонкой структуры поликристаллов распадается на 4 подзадачи:

- 1) предварительная обработка дифракционных профилей;
- 2) выделение ФИФУ, т. е. поправка на инструментальное уширение;
- 3) разделение уширений от эффектов мелкодисперсности и микроискажений;
- 4) определение искоемых физических параметров.

Математически 2-ая и 3-ья задачи сводятся к решению интегрального уравнения Фредгольма 1-ого рода с разностным ядром. Подобные задачи в присутствии случайных шумов являются некорректными по Адамару, что практически приводит к появлению в решетки высокочастотных осцилляций, обусловленных влиянием шумов. Это обстоятельство обусловило необходимость детально исследовать вопросы устойчивости получаемого решения.

Как известно [1, 2], в отсутствие физического уширения наблюдается некоторая, зависящая от условий эксперимента, инструментальная ширина дифракционного профиля. При этом уширение от физических явлений связано с инструментальным уширением не аддитивно, а линейным интегральным соотношением. В свою очередь уширения рентгеновского профиля от физических явлений также связаны друг с другом интегральным уравнением. Таким образом, выражение строго описывающее размытие рентгеновских линий представляет собой тройную свертку уширений от мелкодисперсности, микродеформации и инструментального уширения.

1. Постановка задачи

Согласно [3—6] профиль функции истинного физического уширения и инструментальный профиль связаны линейным инструментальным соотношением, которое представляет собой интегральное уравнение Фредгольма первого рода с разностным ядром. В общем виде это уравнение можно записать как:

$$h(2\theta) = K(2\theta) \int_{-\infty}^{\infty} I_0(S)g(2\theta - S)dS + \zeta(2\theta) \quad (1)$$

где $K(2\theta)$ — угловой множитель.

Для узких линий можно полагать $K(2\theta) = \text{const}$. Если же линии достаточно широки, то следует привести ординаты всех кривых распределения интенсивности к значению, независящим от аргумента.

$I_0(S)$ — функция истинного физического уширения,

$g(S)$ — профиль эталона (функция инструментального уширения),

$\zeta(2\theta)$ — случайная помеха.

Как известно [7], с достаточной степенью точности, $\zeta(2\theta)$ считается распределенной по нормальному закону с математическим ожиданием

$$M[\zeta(2\theta)] = 0 \quad (2)$$

и дисперсией

$$D[\zeta(2\theta)] = \frac{h(2\theta)}{\tau_{2\theta}} \quad (3)$$

где $\tau_{2\theta}$ — время измерения в точке.

Если обозначить теперь через $P(S)$ -функцию уширения от дисперсности областей когерентного рассеяния, а через $I_1(S)$ -функцию уширения от микродеформаций, то можно записать

$$I_0(S) = \int_{-\infty}^{\infty} P(S')I_1(S - S')dS' \quad (4)$$

и подставляя (4) в (1) получим

$$h(2\theta) = K(2\theta) \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} P(S')I_1(t)g[2\theta - (t + S')]dS'dt + \zeta(2\theta). \quad (5)$$

Для выделения профиля $I_0(S)$ ФИФУ используется метод статистической регуляризации, где используется дополнительная априорная информация, взятая из независимых экспериментов и теоретических представлений. В качестве дополнительной информации в методике используется:

- 1) гладкость искомой ФИФУ;
- 2) неотрицательность ФИФУ;

3) априорная информация о 1-ом и Π -ом порядке отражения дифракционной линии.

Для интерпретации рентгенографических исследований тонкой структуры деформированных поликристаллов выбирались модельные функции: 1. Для дифракционной линии эталона — двухкомпонентная функция Гаусса с отношением интенсивностей 2:1, отражающая реальный случай дублетности экспериментальных линий:

$$I_1(S) = A_{ЭТ} \cdot \exp \left[-\frac{(S - W_{ЭТ})^2}{2C_{ЭТ}^2} \right] + \frac{1}{2} A_{ЭТ} \cdot \exp \left[-\frac{(S - W_{ЭТ} - \delta)^2}{2C_{ЭТ}^2} \right]; \quad (6)$$

где δ — междублетное расстояние.

2. Профиль функции истинного физического уширения от размеров мозаичных блоков описывается функцией Коши:

$$P(S) = \frac{A_{ИСТ}}{1 + \frac{1}{C_{ИСТ}^2} (S - W_{ИСТ})^2}. \quad (7)$$

3. Профиль ФИФУ от микродеформации описывается функцией Гаусса

$$P(S) = A_{ИСТ} \cdot \exp \left[-\frac{(S - W_{ИСТ})^2}{2C_{ИСТ}^2} \right]. \quad (8)$$

4. Профиль ФИФУ от суммы мелкодисперсности и микродеформации описывается сверткой функции уширения от мелкодисперсности и микродеформации

$$P(S) = \int_{-\infty}^{\infty} A_{ИСТ} \cdot \exp \left[-\frac{S'^2}{2R_{ИСТ}} \right] \cdot \frac{1}{1 + (S - S' - W_{ИСТ})^2 / C_{ИСТ}^2} dS'. \quad (9)$$

Одним из эталонов нахождения размера мозаичных блоков и величины относительной микродеформации — основных характеристик деформированных поликристаллов — является определение формы дифракционных линий, неискаженных инструментальными абберациями.

Задача сводится к решению интегрального уравнения (4). Путем алгебраизации уравнение (4) можно свести к системе линейных уравнений:

$$I_{0j} = \sum_{i=1}^n K_{ji} P_i. \quad (10)$$

С учетом статистической природы измеряемой интенсивности

$$\tilde{I}_{0j} = \sum_{i=1}^n K_{ji} P_i + \eta_j V_j \quad V_j = \sigma_j^2 \quad (11)$$

где V_j — дисперсия случайной ошибки,

η_j — нормально распределенная случайная величина с математическим ожиданием 0 и дисперсией 1.

Величины V_j при этом определялись как $V_j = \sqrt{\frac{I_{0j}}{\tau}}$, т. е. предполагалось, что набор числа импульсов в каждой точке кривой I_{0j} производился за промежуток времени $\tau_1 = 20$ с, $\tau_2 = 100$ с. Расчеты производились следующим образом. Используя соотношение (4) по выбранным модельным функциям $I_1(S)$ и $P(S)$ находились значения I_{1j} . Затем функция I_{1j} искажалась внесением распределенных по нормальному закону случайных ошибок ($\eta_j V_j$). Такая кривая близко соответствует результатам получаемым экспериментально. Восстановление $P(S)$ производилось по значениям \tilde{I}_{0j} и модельной функции $I_1(S)$ решением системы уравнений (11).

2. Восстановление ФИФУ с помощью метода статистической регуляризации

В работе задача (11) рассмотрена с точки зрения математической статистики. Пусть задача (11) уже алгебраизована и \tilde{I}_{0j} в (11) являются значениями в опорных точках.

Введем некоторую априорную плотность вероятности $E(f)$, тогда апостериорная плотность вероятности вычисляется по формуле Байеса. Чтобы вычислить байесову оценку любой величины нужно усреднить эту величину по апостериорному распределению вероятности. При этом прямое решение системы (11) без применения метода статистической регуляризации, вместе с оценкой ошибки по методам классической теории ошибок есть байесова стратегия для априорной плотности вероятности $E(f) = \text{const}$. $E \rightarrow$ символ плотности вероятности.

Будем считать, что $P \rightarrow$ вектор в n — мерном пространстве искомым функций, \tilde{I}_0 — вектор в m — мерном пространстве начальных данных, K — прямоугольная матрица соответствующей размерности. Условная плотность вероятности того, что при данном векторе P в результате измерений будет получен данный вектор \tilde{I}_0 есть [8]

$$E(I_0/P) = \prod_{j=1}^m \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma_j^2}} \exp \left\{ - \frac{(\tilde{I}_{0j} - \sum_{i=1}^n K_{ji} P_i)^2}{2\sigma_j^2} \right\}. \quad (12)$$

Введем диагональную матрицу ошибок с элементами

$$W_{ji} = \frac{1}{\sigma_j^2} S_{ji} \quad i, j = 1, 2, \dots, m$$

$$S_{ji} = \begin{cases} 1 & \text{при } i=j \\ 0 & \text{при } i \neq j. \end{cases}$$

Тогда (12) можно записать в виде:

$$E(\tilde{I}_0/P) = C \cdot \exp \left\{ -\frac{1}{2} \cdot (p, Bp) + (A, p) \right\} \quad (13)$$

где $B = K^T W K$, $A = K^T \cdot W \tilde{I}_0$

C — константа, не зависящая от P .

Введем функционал, характеризующий степень гладкости функции $P(S)$ как норму g -й производной [9].

$$\Omega[P(S)] = \int_{-\infty}^{\infty} \left[\frac{d^g P(S)}{dS^g} \right]^2 dS; \quad (14)$$

и укажем ожидаемое примерное значение этого функционала.

Положив в (14) $g=0$ можно использовать сведения об ограниченности функции $P(S)$. Функционал Ω можно сформировать, как комбинацию норм нескольких производных. Во всех случаях, после выполнения алгебраизации априорная информация предстанет в виде:

$$(p, \Omega p) = \sum_{i,j=1}^m P_i \Omega_{ij} P_j \approx \Phi$$

где Ω — симметричная, положительно определенная матрица, являющаяся конечно-разностным приближением к функционалу (14).

Очевидно, что априорное распределение $E(p)$ мы должны ввести таким образом, что

$$\int_{-\infty}^{\infty} (P, \Omega P) E(p) dp = \Phi. \quad (15)$$

Из всех $E(p)$, удовлетворяющих (15) выберем ту, которая содержит минимум информации о p , то есть минимизирует функционал

$$\Psi[E(p)] = \int_{-\infty}^{\infty} \ln E(p) \cdot E(p) dp. \quad (16)$$

Можно показать [8], что такая плотность распределения имеет вид:

$$E_x(P) = C_x \cdot \exp \left\{ -\frac{\alpha}{2} (P, \Omega P) \right\} \quad (17)$$

где $\alpha = n/\Phi$, а константа C_α определяется из условия нормировки.

Теперь, если искать решение в статистическом ансамбле (17) с заданным параметром гладкости α , то по формуле Байеса получим апостериорное распределение для p .

$$E(P/\tilde{I}_{0,\alpha}) = \frac{E(\tilde{I}_0/P) \cdot E_\alpha(P)}{\int_{-\infty}^{\infty} E(\tilde{I}_0/P) \cdot E_\alpha(P) dP}. \quad (18)$$

Подставив (18) в формулы (17) и (13), получим

$$E(P/\tilde{I}_{0,\alpha}) = C_3 \cdot \exp \left\{ -\frac{1}{2} (P, [B + \alpha\Omega]P) + (A, P) \right\} \quad (19)$$

где C_3 — константа не зависящая от P .

Применяя Байесову стратегию, в качестве восстановленной функции $P(S)$ берем математическое ожидание $P(S)$ по распределению (19) [8]:

$$M[P(S)]_\alpha = (B + \alpha\Omega)^{-1} \cdot A. \quad (20)$$

Погрешность восстановления $P(S_i)$ определяется:

$$\sigma_i = \sqrt{M\{P(S_i) - M[P(S_i)]_\alpha\}^2} = \sqrt{([B + \alpha\Omega]^{-1})_{ii}} \quad i = 1, 2 \dots n. \quad (21)$$

3. Учет дисперсности и микроскажений

3.1. Расчет физических параметров

По коэффициентам Фурье ФИФУ можно дать количественную характеристику физических явлений, вызвавших это уширение. Производится разделение эффектов уширения от областей когерентного рассеяния и микродеформаций, вычисление среднего эффективного размеров блоков, вычисление величины микродеформаций, определение суммарной концентрации дефектов упаковки и двойниковых дефектов и вычисление среднего истинного размера блоков. Теоретические основы гармонического анализа и определение параметров тонкой структуры подробно изложены в монографиях по рентгеноструктурному анализу [3—6]. Ниже излагаются вычислительные аспекты проблемы.

3.2. Определение среднего эффективного размера областей когерентного рассеяния

Ряд исследований показал, что во многих случаях монокристаллы и кристаллиты поликристаллических материалов имеют мозаичную структуру, т. е. кристаллит можно считать, состоящим из отдельных областей (блоков мозаики, областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей), развернутых одна относительно другой на очень малые углы. Если в результате пластической деформации происходит дробление блоков мозаики до размеров меньше 10^{-5} см, то линии на рентгенограмме размываются. Если размытие линий рентгенограммы вызвано только дисперсностью блоков (при отсутствии микронапряжений П-ого рода), то по ряду Фурье ФИФУ можно определить эффективный размер блоков мозаики. В качестве модели профиля эталона $I_1(S)$ берется функция (7), в качестве профиля ФИФУ $P(S)$ от размера мозаичных блоков берется функция Коши (8). Восстановление ФИФУ $P(S)$ производится в соответствии с методом статистической регуляризации, описанным в работе [10].

Далее вычисляем коэффициенты Фурье

$$P(K) = \sqrt{P_{Rl}^2(K) + P_{ym}^2(K)} \quad (22)$$

где

$$P_{Rl}(K) = \frac{2Hp}{Lp} \sum_{i=1}^N P_B(Si) \cos \frac{2\pi K}{LP} Si \quad (23)$$

$$P_{ym}(K) = \frac{2Hp}{Lp} \sum_{i=1}^N P_B(Si) \sin \frac{2\pi K}{LP} Si \quad (24)$$

где Lp — величина экспериментального интервала разложения (для образца).

Формулы (23), (24) представляют собой квадратурные формулы. Штрихи в суммах означают, что первый и последний члены берутся с половинным весом, т. е.

$$P_{sci} = P(Si) \cos \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si$$

$$P_{sci} = \begin{cases} P(Si) \cos \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si & i = 2, 3, \dots, N-1 \\ \frac{P(Si)}{2} \cos \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si & i = 1, N \end{cases} \quad (25)$$

Аналогично

$$P_{ssi} = P(Si) \sin \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si$$

$$P_{ssi} = \begin{cases} P(Si) \sin \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si & i = 2, 3, \dots, N-1 \\ \frac{P(Si)}{2} \sin \frac{2\pi K}{Lp} \cdot Si & i = 1, N. \end{cases} \quad (26)$$

Аргумент $Si = S_1 + (i-1)H$, где H — шаг дискретизации. Расстояние $L(K)$ в кристаллической решетке связано с номером коэффициента Фурье соотношением [11, 12]

$$L(K) = \frac{\lambda}{Lp \cos X_{ц.т}} \cdot K \quad (27)$$

где Lp — величина экспериментального интервала разложения (для образца), λ — длина волны используемого излучения, $X_{ц.т}$ — Вульф-Брэгговский угол отражения (центр тяжести профиля образца).

Затем коэффициенты Фурье ФИФУ нормируются таким образом, чтобы $P(0) = 1$. Это связано с предполагаемой [3, 4] методикой расчета физических параметров тонкой структуры и фактически означает пренебрежение эффектами изменения интегральной интенсивности.

Таким образом, вместо ряда $P(0), P(1), P(2), \dots, P(M)$ получим ряд:

$$1, \frac{P(1)}{P(0)}, \frac{P(2)}{P(0)}, \dots, \frac{P(M)}{P(0)};$$

который обозначим

$$A(0), A(1), \dots, A(M) \quad (28)$$

$$D[A(0)] = \frac{D[P(0)]}{P^2(0)};$$

$$D[A(K)] = \frac{D[P(K)]}{P^2(0)} + \frac{P^2(K)}{P^4(0)} \cdot D[P(0)].$$

Истинный дифракционный профиль PI , восстановленный методом статистической регуляризации показан на рис. 1. Рассмотрены случаи:

1. $\tau = 1$ с
2. $\tau = 10$ с
3. $\tau = 20$ с τ — время экспозиции.

Из рис. 3.1. видно, чем больше τ , тем восстановленная функция PI точнее совпадает с моделируемой функцией $PI(S)$ в информативной области.

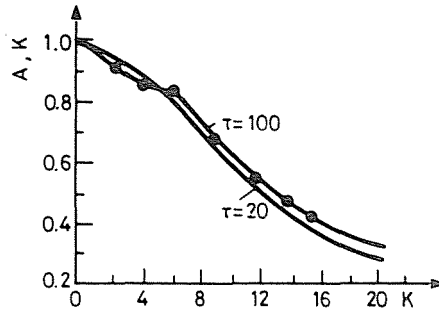


Рис. 1. Коэффициенты Фурье функции истинного физического уширения от размеров мозаичных блоков, восстановленной с помощью метода статистической регуляризации $\tau_1 = 20$ сек. $\tau_2 = 100$ сек время экспозиции

Так как в исходных данных мы приняли $W_{\text{ИСТ}} = 0$, то целесообразно рассматривать моделируемые ФИФУ и функцию эталона приведенными к началу координат, т. е. с параметрами изменения

$$S1 = 0^0 \quad S2 = 2^0 \quad N = 40.$$

Центр тяжести эталона и образца вычисляются по формуле

$$S_{\text{ц.т.эт}} = W_{\text{эт}} + \frac{\delta}{3};$$

$$S_{\text{ц.т.обр.}} = W_{\text{эт}} + W_{\text{ИСТ}} + \frac{\delta}{3}. \quad (29)$$

В нашем варианте $W_{\text{ИСТ}} = 0$. Следовательно

$$S_{\text{ц.т.эт}} = S_{\text{ц.т.обр.}} = W_{\text{эт}} + \frac{\delta}{3}.$$

Определение размера мозаичных блоков паходим по формуле [11]

$$D = L(1) \frac{1}{1 - A(1)}. \quad (30)$$

3.3. Определение величины относительной микродеформации, поликристаллов

Под микронапряжениями понимаются напряжения, которые уравновешиваются в объеме отдельных кристаллов или мозаичных блоков. Расчет их основан на представлении о том, что они связаны с неоднородной упругой деформацией кристаллов, и как следствие этого, с законо-

мерным неоднородным изменением межпрочностных расстояний. При наличии микронапряжений каждая система атомных плоскостей имеет вместо определенного межплоскостные расстояния, лежащие в некоторых пределах.

В качестве модели эталона выбиралась функция $I_1(S)$. В качестве ФИФУ от микродеформации выбирается функция Гаусса $P(S)$ (9). Осуществляем операцию восстановления ФИФУ $P(S)$, далее по восстановленной функции находим коэффициенты Фурье по формулам (23—27). Определяем нормированные коэффициенты Фурье $A(K) = \frac{P(K)}{P(0)}$. Расстояние $L(K)$ в кристаллической решетке определяем по формуле (27). Величина среднеквадратичной деформации определяется по формуле

$$\Delta L = \frac{a}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{-\ln A(K)}{2K_0^2}} \quad (31)$$

где $K_0^2 = h^2 + K^2 + l^2$ — индексы Миллера.

Величина относительной микродеформации

$$\bar{\varepsilon}_k = \frac{\overline{\Delta L(K)}}{L(K)}. \quad (32)$$

Все рассмотренные в этом пункте формулы относятся для 1-ого порядка отражения дифракционной линии.

3.4. *Разделение эффектов уширения от дисперсности блоков и микродеформаций с использованием в качестве априорной информации о 1-ом и 2-ом порядке отражения*

Для того чтобы избежать влияние возможной анизотропии микроискажений и размера блоков на результаты рентгенографического определения их величин, расчеты необходимо проводить по двум линиям, соответствующим разным порядкам отражения от одной плоскости. Легко можно показать, что в общем случае, когда размытие рентгеновских линий определяется эффектами микроискажений и мелкодисперсности блоков, коэффициенты Фурье ФИФУ равны поризведению коэффициентов Фурье, отвечающих каждому из эффектов, т. е.

$$A(K) = A^{БЛ}(K) \cdot A^{МБ}(K) \quad (33)$$

где $A^{МБ}(K)$ — коэффициенты, отвечающие микроискажениям, $A^{БЛ}(K)$ — коэффициенты, отвечающие мелкодисперсности.

3.5. *Определение величины размера мозаичных блоков при наличии двух порядков отражения*

Для I-ого порядка отражения формула (33) примет вид:

$$A^I(K) = A^{\text{БлI}}(K) \cdot A^{\text{МгI}}(K).$$

Для II-ого порядка отражения формула (33) примет вид:

$$A^{II}(K) = A^{\text{БлII}}(K) \cdot A^{\text{МгII}}(K).$$

Коэффициенты Фурье, отвечающие мелкодисперсности, при наличии двух порядков отражения определяются по формуле [3]:

$$A^{\text{БлI}}(K) = \frac{[A^I(K)]^{\beta_1}}{[A^{II}(K)]^{\beta_2}} \quad (34)$$

где $\beta_1 = \frac{K_{0II}^2}{K_{0II}^2 - K_{0I}^2}$; $\beta_2 = \frac{K_{0I}^2}{K_{0II}^2 - K_{0I}^2}$.

После этого вычисляем средний эффективный размер блоков по формуле (30)

$$D = \frac{1}{1 - A^{\text{БлI}}(1)} \cdot L(1).$$

3.6. *Определение величины относительной микродеформации в присутствии уширения от обоих эффектов (микроискажений и мелкодисперсности) при наличии I-ого и II-ого порядка отражения*

Введем обозначение:

$$\frac{A^{II}(K)}{A^I(K)} = A(K).$$

Известно [3], что

$$A^{\text{Мг}}(K) = \cos \frac{\overline{2\pi K_0 \Delta L}}{a}. \quad (35)$$

Усреднение, которое необходимо выполнить по формуле (35) легко осуществить если $\overline{\Delta L}$ малы или следуют Гауссовому распределению вероятности. Обычно названные условия имеют места в связи с чем полагают [3]:

$$A^{\text{Мг}}(K) \approx \exp - \left[\frac{2\pi^2 K_{0I}^2 \overline{\Delta L_K^2}}{a^2} \right]. \quad (36)$$

Если теперь подставить (36) в (33), то с учетом независимости от порядка отражения, можно получить для I-ого и II-ого порядка отражений:

$$\begin{aligned}
 A^I(K) &= A^{Бл}(K) \cdot \exp \left[- \frac{2\pi^2 K_{0I}^2 \overline{\Delta L_K^2}}{a^2} \right]; \\
 A^{II}(K) &= A^{Бл}(K) \cdot \exp \left[- \frac{2\pi^2 K_{0II}^2 \overline{\Delta L_K^2}}{a^2} \right];
 \end{aligned}
 \tag{37}$$

Согласно (37):

$$\begin{aligned}
 A(K) &= \exp \frac{2\pi^2 \overline{\Delta L_K^2}}{a^2} (K_{0II}^2 - K_{0I}^2) \\
 \ln A(K) &= -2\pi^2 \frac{\overline{\Delta L_K^2}}{a^2} (K_{0II}^2 - K_{0I}^2).
 \end{aligned}
 \tag{38}$$

Откуда:

$$\overline{\Delta L_K} = \frac{a}{\pi} \sqrt{\frac{-\ln A(K)}{2(K_{0II}^2 - K_{0I}^2)}}.
 \tag{39}$$

Величина относительной микродеформации при наличии двух порядков отражения определяется по формуле (32)

$$\bar{\epsilon}_K = \frac{\overline{\Delta L_K}}{L_K}.$$

Результаты экспериментов приведены на рис. 1., 2., 3.

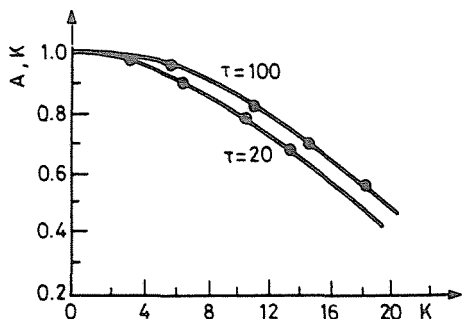


Рис. 2. Коэффициенты Фурье функции истинного физического уширения от величины микродеформации, восстановленной с помощью метода статистической регуляризации $\tau_1 = 20$ сек, $\tau_2 = 100$ сек время экспозиции

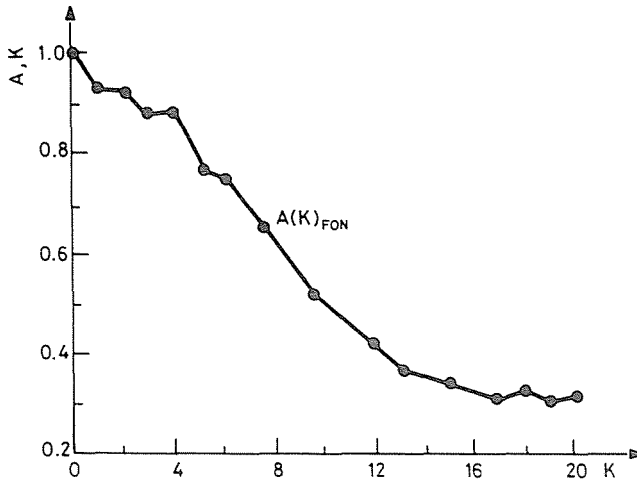


Рис. 3. Коэффициенты Фурье функции истинного физического уширения от мелкодисперсности + микроискажения, восстановленной с помощью метода статистической регуляризации

$$FON = X + 1^\circ, \quad D_{FON} = 215 \text{ \AA}, \quad \bar{\epsilon}_{KFON} = 2.51 \cdot 10^{-3}, \quad \tau = 20 \text{ сек}$$

Исходные данные для расчета

1. Порядок отражения

1. Параметры эталона

$$a = 3,6149 \text{ \AA} \quad \text{отражение } 001., \quad K=0, \quad h=0, \quad l=1.$$

$$2\theta_c = 24,6262^\circ; \quad \lg = 3,96^\circ \quad (2\theta_H = 22,64^\circ; \quad 2\theta_K = 26,6^\circ; \quad M = 40)$$

$$\lambda_1 = 1,54051 \text{ \AA}; \quad \lambda_2 = 1,54433 \text{ \AA}; \quad \lambda_{\text{ср. В}_3\text{В}} = 1,54178 \text{ \AA};$$

$$\delta = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_{\text{ср. В}_3\text{В}}} \cdot \text{tg}\theta_c = 0,061965^\circ;$$

$$W_{\text{ЭТ}} = 2\theta_c + \frac{\delta}{3} = 24,6469^\circ;$$

$$C_{\text{ЭТ}} = \frac{Lg}{12} = 0,33^\circ; \quad A_{\text{ЭТ}} = 100.$$

2. Параметры функции истинного физического уширения при $D = 290 \text{ \AA}$ и $\epsilon = 2,35 \cdot 10^{-3}$, тогда для 1-ого порядка отражения:

$$C_{\text{ИСТ}}^1 = 0,049621^\circ; \quad R_{\text{ИСТ}}^1 = 0,058779;$$

$$W_{\text{ИСТ}} = 0; \quad A_{\text{ИСТ}} = 10.$$

II Порядок отражения

1. Параметры эталона

$$2\theta_c^{\text{II}} = 50,4921^\circ;$$

$$L_g^{\text{II}} = L_g^{\text{I}} \cdot \frac{\cos \theta_c^{\text{I}}}{\cos \theta_c^{\text{II}}} \approx 4,28^\circ;$$

$$2\theta_H = 48,36^\circ; \quad 2\theta_K = 52,64^\circ \text{ с шагом } H = 0,01^\circ;$$

$$\delta = 0,133877^\circ; \quad W_{\text{ЭГ}} = 50,5367^\circ; \quad C_{\text{ЭГ}} = 0,36^\circ.$$

2. Параметры ФИФУ для П-ого порядка отражения

$$C_{\text{ИСТ}}^{\text{II}} = 0,0536^\circ \quad R_{\text{ИСТ}}^{\text{II}} = 0,126938^\circ;$$

$$W_{\text{ИСТ}} = 0 \quad A_{\text{ИСТ}} = 10.$$

При расчете все указанные величины приводятся к одной размерности (радианам).

Заключение

Метод статистической регуляризации с использованием дополнительной априорной информации о неотрицательности восстанавливаемой функции, о гладкости функции, о 1-ом 11-ом порядке отражения позволяет получать большее число достоверных коэффициентов, что очень важно для более точного определения размеров мозаичных блоков и относительной величины микродеформации. Использование для анализа формы дифракционной линии метода статистической регуляризации, учитывающего вероятностную природу измеряемой величины является наиболее приемлимым.

Литература

1. РАУТИАН, С. Г.: Реальные спектральные приборы. Успехи физических наук., т. 66, вып. 3., 475—517. (1958).
2. ДМИТРИЕВСКИЙ, О. Д., НЕПОРЕНТ, Б. С., НИКИТИН, В. А.: Скоростная спектроскопия. Успехи физических наук., т. 64, вып. 3. (1958) 447—492.
3. ПИНЕС, Б. Я.: Острофокусные рентгеновские трубки и прикладной рентгеноструктурный анализ. М. Гостехиздат. 1955. 267 с.
4. WARREN, B. E.: X-ray diffraction. Reading (Mass): Addison-Wesley. 1969., 381 p.
5. KLUG, H. P., ALEXANDER, L. E.: X-ray diffraction procedures. John Wiley and sons. New York, 1974.
6. WILLES, D. B., YOUNG, R. A.: J. Appl. Cryst., 14, (1981) 149—152.
7. WILLES, D. B., YOUNG, R. A.: J. Appl. Cryst., 15, (1982) 430—438.

8. Турчин, В. Ф., Козлов, В. П., Малкевич, М. С.: Использование методов математической статистики для решения некорректных задач. Успехи физических наук., т. 102, вып. 3, (1970).
9. Батищев, В. И., Галкин, В. Я., Жуковский, Е. Л., Трубин, В. А.: Методы корректной обработки дифрактограмм. Численный анализ: Методы и алгоритмы. — М. Изд-во МГУ, (1986) 100—111.
10. Тихонов, А. Н., Арсенин, В. Я.: Методы решения некорректных задач. — М.: Наука, 1979, 250 с.
11. VAN MOURIK, P., MITTEMEIJER, E. J., DE KEIJSER, TH. H.: J. Mater. Sci., 18, (1983) 2606—2620.
12. DELHEZ, R., DE KEIJSER, TH. H., MITTEMEIJER, E. J., LANGFORD, J. I.: J. Appl. Cryst., 19, (1986) 459—466.

Aspiráns Szlava TRUBIN H-1445, Budapest, POB 323.