

04,10

## Исследование пьезоэлектрических свойств кристаллов бифталата рубидия методом времязрешающей трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии

© Э.С. Ибрагимов<sup>1,2</sup>, А.Г. Куликов<sup>1,2,¶</sup>, Н.В. Марченков<sup>1,2</sup>, Ю.В. Писаревский<sup>1,2</sup>,  
А.Е. Благов<sup>1,2</sup>, М.В. Ковальчук<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова,  
Федеральный научно-исследовательский центр „Кристаллография и фотоника“ РАН,  
Москва, Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“,  
Москва, Россия

¶ E-mail: ontonic@gmail.com

Поступила в редакцию 4 июля 2022 г.

В окончательной редакции 4 июля 2022 г.

Принята к публикации 6 июля 2022 г.

С использованием метода времязрешающей рентгеновской дифрактометрии в трехкристалльной схеме измерена деформация решетки кристалла бифталата рубидия ( $C_8H_5RbO_4$ ) во внешнем электрическом поле. При воздействии внешнего импульсного электрического поля вдоль полярной оси [001] независимо по трем рефлексам 400, 070 и 004 определены пьезоэлектрические модули  $d_{31}$ ,  $d_{32}$  и  $d_{33}$ , значения которых составили соответственно  $-32.8 \pm 0.6$ ,  $12.8 \pm 0.3$  и  $21.8 \pm 1.2$  рС/Н. Обнаружено хорошее соответствие полученных в данной работе величин пьезоэлектрических модулей значениям, полученным ранее квазистатическим методом.

**Ключевые слова:** пьезоэлектрический эффект, времязрешающая рентгеновская дифрактометрия, трехкристалльная схема дифракции, кристаллы бифталатов, внешнее электрическое поле.

DOI: 10.21883/FTT.2022.11.53330.421

### 1. Введение

Изучение управляемого деформационного поведения материалов и изменения их структурной организации представляет интерес для создания новых энергосберегающих систем записи и хранения информации, а также других элементов микроэлектроники [1,2].

Одним из возможных способов управления деформациями в нецентросимметричных кристаллах является приложение внешнего электрического поля. Пьезоэлектрические материалы нашли широкое применение в микро- и наноэлектронике, фотонике и сенсорике, но на новом этапе развития таких областей, как стрейнтроника [3] и инженерия дефектов [4], подобные исследования вновь приобрели важность.

Одними из перспективных объектов для данных целей являются кристаллы бифталата рубидия. Соединения семейства бифталатов привлекают внимание в связи с уникальным сочетанием оптических, электрических и механических свойств, благодаря чему они находят разнообразные применения в оптоэлектронике и акустооптике [5,6], в конвертерах лазерного излучения [7], электрооптических модуляторах [8], монохроматорах мягкого рентгеновского излучения [9]. При этом кристаллы бифталаты относятся к сильным пьезоэлектрикам, в частности имеющим рекордные значения чувствительности на прием акустических сигналов [10].

Ранее пьезоэлектрические характеристики бифталата рубидия исследовались методом квазистатических механических нагрузок [11] и методом резонанса-антирезонанса [12]. Однако между значениями пьезоэлектрических модулей, полученных в указанных работах, имеются значительные расхождения.

В настоящее время наряду с традиционными электрофизическими и механическими методами исследования пьезоэлектрических свойств активно развиваются методы на основе дифракции рентгеновского излучения. Рентгеновское излучение является удобным и высокоточным инструментом для исследования деформаций бесконтактным способом. Методы рентгеновской дифракции в самых разных схемах широко применяются для исследования пьезоэлектрических свойств различных кристаллических материалов в силу высочайшей чувствительности к изменению параметров кристаллической решетки.

При этом рентгенодифракционные измерения пьезоэлектрических свойств, проведенные с использованием синхротронных [13,14] и лабораторных источников [15,16], как правило, реализованы в статическом режиме, который затрудняет отделение пьезоэлектрического эффекта от других сопутствующих эффектов, например, вызванных перестройкой дефектной структуры, создающей механическую деформацию под воздействием электрического поля [17,18]. Для этого требуется

применение быстродействующих методик, таких как времяразрешающая рентгеновская дифрактометрия [19,20], в комбинации с высокоразрешающими схемами сканирования для выделения деформаций различного типа.

В настоящей работе на лабораторном дифрактометре проведены измерения взаимоперпендикулярных пьезоэлектрических деформаций в металлоорганическом кристалле бифталата рубидия с использованием модифицированной методики времяразрешающей рентгеновской дифрактометрии (англ. time-resolved HRXRD) в трехкристальной схеме в режиме сканирования  $\theta-2\theta$  с синхронизацией импульсной подачи внешнего электрического поля.

## 2. Исследуемые образцы

Кристаллы бифталата рубидия ( $C_8H_5RbO_4$ , БФР) принадлежат пространственной группе  $Pca2_1$ . Параметры решетки для БФР составляют  $a = 10.064 \text{ \AA}$ ,  $b = 13.068 \text{ \AA}$ ,  $c = 6.561 \text{ \AA}$  [21]. В литературе используется несколько кристаллофизических установок. Для принятой в настоящей работе установки кристаллографическое направление [100] соответствует X, [010] — Y, [001] — Z. Полярная ось кристаллов совпадает с направлением [001].

В матрице пьезоэлектрических модулей представлены 5 независимых коэффициентов, три из которых соответствуют деформациям растяжения/сжатия  $d_{31}$ ,  $d_{32}$ ,  $d_{33}$ ; еще две компоненты  $d_{15}$  и  $d_{24}$  связаны со сдвиговыми деформациями. Диэлектрическая проницаемость кристалла составляет  $\epsilon_{33} = 4.37$ .

Кристаллы для исследований были выращены из водного раствора в ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН по методике, описанной в [10]. Подготовленные плоскопараллельные пластины среза (001) с поперечными размерами  $9 \times 6 \text{ mm}^2$  и толщиной  $2.54 \text{ mm}$  были протравлены в водном растворе для удаления нарушенного слоя. Затем на лицевые стороны пластин наносился раствор коллоидного серебра для создания токопроводящих контактов и формирования равномерного в объеме электрического поля. К образцам припаивались тонкие ( $50 \mu\text{m}$ ) проводящие жилы, после чего образец монтировался в специализированный кристаллодержатель на дифрактометре.

## 3. Методика измерения пьезоэлектрических модулей и оборудование

Рентгенодифракционный метод определения пьезоэлектрических модулей основан на регистрации изменения межплоскостного расстояния в кристаллах по смещению кривой дифракционного отражения (КДО).

Относительное изменение межплоскостного расстояния находится в функциональной зависимости от угла

Брэгга  $\theta$  и его изменения  $\Delta\theta$ :

$$\frac{\Delta d}{d} = -\cot \theta \Delta\theta, \quad (1)$$

С другой стороны, деформация пропорциональна напряженности приложенного внешнего электрического поля  $E$  с коэффициентом пропорциональности равным соответствующему пьезоэлектрическому модулю

$$\frac{\Delta d}{d} = d_{ij} E_i, \quad (2)$$

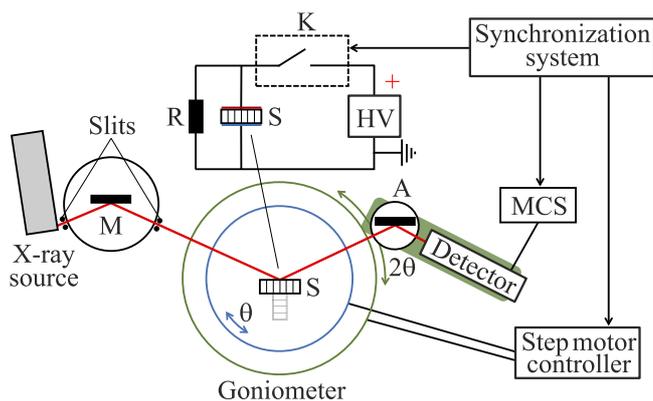
Таким образом, пьезоэлектрические модули кристалла могут быть определены из результатов рентгенодифракционного измерения смещения положения пика КДО при обратном пьезоэлектрическом эффекте с заданными значениями напряженности электрического поля.

Измерения проводились в трехкристальной схеме рентгеновской дифракции, отличительной особенностью которой является использование помимо монохроматора и образца еще одного кристалла-анализатора. Данный элемент выполняет функцию узкой щели перед детектором с угловой апертурой соответствующей полуширине его собственной КДО. Использование подобной схемы позволяет в процессе эксперимента проводить прецизионные измерения вариации угла Брэгга, выделяя только тот вклад деформаций, который отвечает за изменение межплоскостного расстояния в направлении вектора рассеяния.

Измерение КДО в трехкристальной схеме дифракции проводится в режиме  $\theta - 2\theta$ , при котором осуществляется пошаговый поворот образца по углу  $\theta$  и системы анализатор-детектор с удвоенным шагом по углу  $2\theta$  в заданном угловом диапазоне вблизи дифракционного максимума.

Метод рентгеновской дифрактометрии основан на механическом повороте гониометрической системы, а одно сканирование может занимать несколько минут. В процессе измерения в условиях электрического воздействия за счет миграции носителей заряда и заряженных дефектов может происходить их накопление вблизи электрода, что будет приводить к экранированию внешнего электрического поля и получению некорректных значений пьезоэлектрических модулей. Данное ограничение можно обойти, применяя времяразрешающую методику рентгеновской дифрактометрии. При измерении КДО в каждой угловой точке производится запись временных разверток интенсивности в процессе воздействия импульсного электрического поля на образец, синхронизированного с многоканальным анализатором интенсивности. Подробно методика описана в [22,23]. Важным условием применимости методики является обратимость исследуемого процесса при повторяющемся внешнем воздействии.

В результате записанный при заданных условиях и сшитый массив данных в координатах время-угол-интенсивность будет отражать набор КДО, который затем аппроксимируется функцией псевдо-Фойгта с целью



**Рис. 1.** Схема экспериментальной установки для реализации времени разрешающей рентгеновской дифрактометрии в трехкристальной геометрии. В состав установки входит молибденовый источник рентгеновского излучения, монокроматор (M), набор коллимирующих щелей, гониометр с контроллером шаговых двигателей, кристалл-анализатор (A), детектор с многоканальным анализатором интенсивности (MCS), система подачи электрического поля на образец. Система синхронизации управляет многоканальным анализатором и системой подачи электрического поля, в электрическую цепь которой входит высоковольтный источник (HV), твердотельный коммутатор (K) и резистор (R), подключенный параллельно образцу (S).

получения информации о динамике параметров КДО: углового положения пика, интегральной интенсивности и полуширины.

Методика измерения пьезоэлектрических модулей реализована на установке трехкристального рентгеновского спектрометра (TRC), оснащенного рентгеновской трубкой с молибденовым анодом с максимальной мощностью 2.5 kW. Принципиальная схема установки представлена на рис. 1. Для монохроматизации излучения и выделения спектральной линии  $\lambda$   $[\text{MoK}_{\alpha 1}] = 0.70932 \text{ \AA}$  использовался совершенный монокристалл Si 220 с углом Брэгга  $\theta_M = 10.644^\circ$  и полушириной собственной КДО 2.1829 arcsec, аналогичный кристалл использовался в качестве анализатора. После монокроматора устанавливался щелевой коллиматор с апертурой  $0.2 \times 5 \text{ mm}$ , задающий также размер пучка на образце. Для регистрации интенсивности дифрагированного излучения использовался точечный детектор (Radicon SCSD-4) с динамическим диапазоном  $5 \cdot 10^5 \text{ cps}$ , сопряженный с многоканальным анализатором интенсивности (ORTEC Easy-MCS). Для синхронизации посредством TTL-импульсов (от англ. Transistor-transistor Logic) измерительного оборудования с импульсным воздействием электрическим полем на образец использовалась система синхронизации на основе генератора (Tektronix AFG 3022B) и осциллографа. Электрическое воздействие на образец осуществлялось посредством быстродействующего твердотельного TTL-коммутатора (Мантигора HVS-F-10-35), позволяющего подавать импульсное элек-

трическое поле частотой до 10 kHz с малым временем нарастания импульса ( $\sim 40 \text{ ns}$ ). В электрическую цепь параллельно образцу подключался шунтирующий резистор с сопротивлением  $R = 10 \text{ M}\Omega$ . Данное сопротивление задает время ( $\tau = RC$ ) разрядки кристалла (расчетное значение  $\sim 8 \mu\text{s}$ ), которое много меньше временного разрешения эксперимента.

В процессе эксперимента проводилось измерение КДО отражений 400, 070 и 004 в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Присутствие атомов рубидия в структуре кристалла дает достаточно сильное поглощение, в связи с чем оказалось невозможным измерение рефлексов 400 и 070 в геометрии Лауэ (на просвет). Указанные рефлексy, как и 004, измерялись в геометрии Брэгга (на отражение) от соответствующих торцов кристалла.

Углы Брэгга соответствующих отражений исследуемого кристалла составляют  $\theta_{400} = 8.104^\circ$ ,  $\theta_{070} = 10.951^\circ$ ,  $\theta_{004} = 12.487^\circ$ . Расчетная глубина экстинкции для рефлекса 400 составляет  $L_{400} = 15.9 \mu\text{m}$ , для рефлекса 070 —  $L_{070} = 28.2 \mu\text{m}$ , для рефлекса 004 —  $L_{004} = 49.9 \mu\text{m}$ .

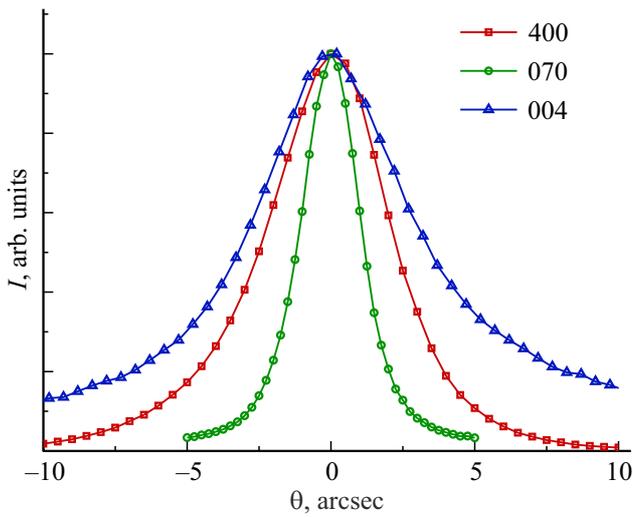
Во всех случаях электрическое поле прикладывалось вдоль направления [001]. Длительность электрического импульса составляла 5 s. Измерения проводились при значении напряженности электрического поля 900 V/mm обеих полярностей. Временное разрешение задавалось в каждом случае исходя из интенсивности дифрагированного сигнала и составляло 100  $\mu\text{s}$  для рефлекса 400, 200  $\mu\text{s}$  для 070, 500  $\mu\text{s}$  для 004. Угловой шаг сканирования равнялся 0.25 arcsec для рефлекса 070 и 0.5 arcsec для 400 и 004.

Измерение трех ортогональных рефлексов позволило наблюдать деформационное поведение кристалла в объеме для трех взаимноперпендикулярных направлений и определить три соответствующих пьезоэлектрических модуля  $d_{31}$ ,  $d_{32}$ ,  $d_{33}$ . Величины пьезоэлектрических модулей определялись по смещению пиков путем усреднения точек по трем временным интервалам равной длительности 5 s: до начала воздействия, при включенном поле и после выключения поля. Статистическая погрешность измерения определялась как среднеквадратичное отклонение от среднего.

#### 4. Экспериментальные результаты

В процессе предварительного анализа степени совершенства кристаллической структуры рентгенодифракционным методом были получены КДО для трех рефлексов обоих кристаллов. Аппроксимация пиков производилась аналитической функцией псевдо-Фойгта.

Экспериментально определенные полуширины  $FWHM$  (от англ. Full Width at Half Maximum) КДО образца в трехкристальной схеме составили:  $FWHM_{400} = 5.0 \text{ arcsec}$ ,  $FWHM_{070} = 2.4 \text{ arcsec}$ ,  $FWHM_{004} = 6.3 \text{ arcsec}$  (рис. 2). Полуширина КДО рефлекса



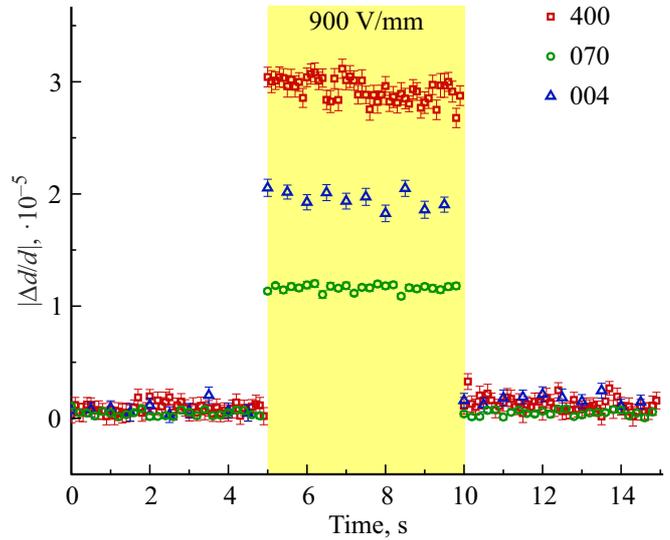
**Рис. 2.** КДО рефлексов 004, 400 и 070 кристалла БФР, полученные в трехкристальной схеме дифракции.

070 имеет наименьшее значение за счет практически отсутствия дисперсии в схеме, тогда как два других пика уширены практически одинаково за счет небольшой дисперсии — разницы углов Брэгга кристаллов в схеме (не более  $2^\circ$ ). Узкие кривые правильной симметричной гауссовой формы в трехкристальной схеме свидетельствуют о высокой степени структурного совершенства образцов.

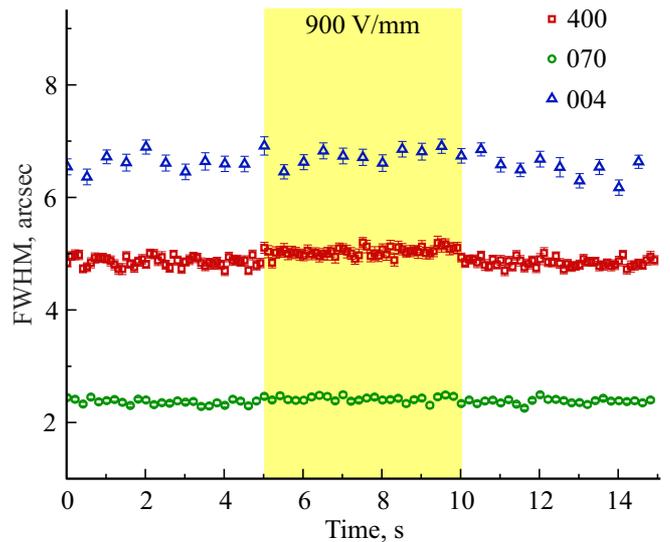
Далее проводились сканирования КДО во времяразрешающем режиме трех рефлексов 400, 070 и 004 при импульсном воздействии внешним электрическим полем. В результате получены временные зависимости параметров КДО. Скачкообразное смещение дифракционных пиков при подаче электрического импульса соответствует пьезоэлектрическому отклику кристаллической структуры. Величины смещения при включении и выключении поля имеют идентичные значения. Данные смещения пересчитывались в относительное изменение параметра решетки в соответствии с формулой (1) и производилось усреднение по полярности. Временная зависимость относительной деформации в процессе подачи электрического импульса представлена на рис. 3. Погрешность относительной деформации определялась по погрешности аппроксимации пиков. Установлено, что такие параметры как полуширина пиков и их интегральная интенсивность остаются неизменными в процессе подачи электрического поля (рис. 4).

В работе [24] в кристаллах бифталата калия было обнаружено, что приложение внешнего электрического поля приводит к появлению двух видов деформаций: быстрой — за счет пьезоэлектрического эффекта, и релаксационной — за счет миграции ионов калия под полем. Было показано, что для второго механизма характерно пороговое значение напряженности поля более  $500 \text{ V/mm}$ , определяемое энергией активации ионов калия.

Как видно из рис. 3 и 4 для бифталата рубидия наблюдается только скачкообразное изменение положения пика КДО, и отсутствуют медленные изменения, наблюдавшиеся для бифталата калия. Были выполнены измерения электропроводности бифталата рубидия в направлении [001], показавшие значения  $\sigma = 3.8 \cdot 10^{-12} \text{ S/m}$  при



**Рис. 3.** Временные зависимости изменения межплоскостного расстояния вдоль направлений [100], [010] и [001], измеренные по сдвигу КДО рефлексов 400, 070 и 004 БФР при импульсном воздействии электрическим полем напряжённостью  $900 \text{ V/mm}$  с усреднением по полярности. Значения взяты по модулю. Желтым цветом выделен временной интервал, соответствующий электрическому импульсу длительностью 5 с.



**Рис. 4.** Временные зависимости полуширины FWHM КДО рефлексов 400, 070 и 004 БФР при импульсном воздействии электрическим полем напряжённостью  $900 \text{ V/mm}$  с усреднением по полярности. Желтым цветом выделен временной интервал, соответствующий электрическому импульсу длительностью 5 с.

Значения пьезоэлектрических модулей БФР, полученные в данной работе методом рентгеновской дифрактометрии и сопоставление с литературными данными

Пьезо-электрический модуль	Экспериментальные значения (данная работа)	Литературные данные	
		[11]	[12]
$d_{31}$ , pC/N	$-32.8 \pm 0.6$	-32.6	-24.3
$d_{32}$ , pC/N	$12.8 \pm 0.3$	13.7	12.0
$d_{33}$ , pC/N	$21.8 \pm 1.2$	26.1	10.2

постоянном поле 200 V/mm, что на порядок меньше электропроводности бифталата калия.

## 5. Обсуждение результатов

Значения пьезоэлектрических модулей  $d_{31}$ ,  $d_{32}$  и  $d_{33}$  рассчитывались по формуле (2). Для более точного определения величин пьезоэлектрических коэффициентов значения деформаций при включении и выключении электрического поля усреднялись между собой.

Значения полученных величин пьезоэлектрических модулей представлены в таблице, в сравнении с литературными данными.

Экспериментальные значения, полученные в данной работе, хорошо согласуются со значениями, полученными методом приложения квазистатических механических нагрузок в работе [11], и существенно отличаются от данных, полученных резонансным методом [12]. В методе резонанса-антирезонанса пьезоэлектрические модули определяются за счет возбуждения в кристалле электромеханического резонанса с характерными частотами в диапазоне нескольких kHz. В случае квазистатического метода к кристаллу прикладываются механические нагрузки, имеющие гораздо меньшую частоту воздействия — порядка единиц Hz, при этом регистрируется индуцированный заряд, по которому в последствии рассчитываются значения пьезоэлектрических модулей материала.

Методика в данной работе имеет квазистатический низкочастотный характер воздействия. Различия данных настоящей работы и работы [11] с данными работы [12], по-видимому, определяются существенной разницей частот воздействия.

Отсутствие в бифталате рубидия эффектов миграции носителей заряда, обнаруженных в бифталате калия, предположительно связано с существенно большей энергией активации ионов рубидия, что подтверждается разницей сопротивления указанных кристаллов на порядок величины [24].

## 6. Заключение

В рамках настоящей работы была проведена модификация времязрешающей рентгенодифракционной методики с целью ее применения в области исследования

пьезоэлектрического эффекта в металлоорганических кристаллах фталевой кислоты. С использованием трехкристалльной схемы рентгеновской дифракции проведено исследование динамики КДО рефлексов 400, 070 и 004 кристалла бифталата рубидия при воздействии внешнего электрического поля напряженностью 900 V/mm вдоль полярной оси кристалла [001].

С высокой точностью определены пьезоэлектрические модули бифталата рубидия  $d_{31}$ ,  $d_{32}$  и  $d_{33}$ , соответствующие трем взаимно перпендикулярным деформациям в кристалле. Проведено усреднение по полярности и по величинам смещений КДО при включении и выключении электрического импульса, которые являются идентичными в каждом случае.

При этом характер изменения КДО определяется только пьезоэлектрическими деформациями и не наблюдаются различного рода релаксационные процессы, отмеченные ранее в кристаллах бифталата калия при достижении пороговых значений напряженности электрического поля.

## Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках Государственного задания ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН в части подготовки образцов кристаллов и в рамках гранта № 075-15-2021-1362 в части разработки методики и проведения исследований, а также при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-29-12037 мк) в части обработки экспериментальных данных.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] H. Yan, Z. Feng, S. Shang, X. Wang, Z. Hu, J. Wang, Z. Zhu, H. Wang, Z. Chen, H. Hua, W. Lu, J. Wang, P. Qin, H. Guo, X. Zhou, Z. Leng, Z. Liu, C. Jiang, M. Coey, Z. Liu. *Nature Nanotechnology* **14**, 2, 131 (2019). DOI: 10.1038/s41565-018-0339-0
- [2] J. Hanzig, M. Zschornak, M. Nentwich, F. Hanzig, S. Gemming, T. Leisegang, D.C. Meyer. *J. Power Sources* **267**, 700 (2014). DOI: 10.1016/j.jpowsour.2014.05.095
- [3] А.А. Бухарасв, А.К. Звездин, А.П. Пятаков, Ю.К. Фетисов. *УФН* **188**, 1288 (2018). DOI: 10.3367/UFNr.2018.01.038279
- [4] F. Gunkela, D.V. Christensen, Y.Z. Chen, N. Pryds. *Appl. Phys. Lett.* **116**, 120505 (2020). DOI: 10.1063/1.5143309
- [5] M.S. Khan, T.S. Narasimhamurty. *J. Mater Sci Lett* **1**, 268 (1982). DOI: 10.1007/BF00727853
- [6] K.B.R. Varma, A.K. Raychaudhuri. *J. Phys. D* **22**, 809 (1989). DOI: 10.1088/0022-3727/22/6/017
- [7] А.А. Каминский, С.Н. Багаев, В.В. Долбинина, Е.А. Волошин, Н. Рhee, Н.И. Eichler, J. Hanuza. *Laser Phys. Lett.* **6**, 544 (2009). DOI: 10.1002/lapl.200910020

- [8] N. Kejalakshmy, K. Srinivasan. *J. Phys. D* **36**, 1778 (2003). DOI: 10.1088/0022-3727/36/15/305
- [9] D. Chopra. *Rev. Sci. Instrum.* **41**, 1004 (1970). DOI: 10.1063/1.1684684
- [10] Л.М. Беляев, Г.С. Беликова, А.Б. Гильварг, И.М. Сильвестрова. *Кристаллография* **14**, 6, 645 (1969).
- [11] S. Haussühl. *Z. Kristallographie* **196**, 1–4, 47 (1991). DOI: 10.1524/zkri.1991.196.14.47
- [12] Г.С. Беликова, Ю.В. Писаревский, И.М. Сильвестрова. *Кристаллография* **19**, 4, 878 (1974).
- [13] J.M.A. Almeida, M.A.R. Miranda, L.H. Avanci, A.S. de Menezes, L.P. Cardoso, J.M. Sasaki. *J. Synchrotron Rad.* **13**, 6, 435 (2006). DOI: 10.1107/S0909049506033061
- [14] S. Gorfman, O. Schmidt, U. Pietsch, P. Becker, L. Bohatý. *Z. Kristallographie* **222**, 8, 396 (2007). DOI: 10.1524/zkri.2007.222.8.396
- [15] А.Е. Благов, Н.В. Марченков, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, М.В. Ковальчук. *Кристаллография* **58**, 1, 51 (2013). DOI: 10.7868/S0023476113010050
- [16] D. Irzhak, D. Roshchupkin. *AIP Advances* **3**, 102108 (2013). DOI: 10.1063/1.4824636
- [17] А.Г. Куликов, Ю.В. Писаревский, А.Е. Благов, Н.В. Марченков, В.А. Ломонов, А.А. Петренко, М.В. Ковальчук. *ФТТ* **61**, 4, 671 (2019). DOI: 10.21883/FTT.2019.04.47411.250
- [18] A.G. Kulikov, A.E. Blagov, A.S. Ilin, N.V. Marchenkov, Yu.V. Pisarevskii, M.V. Kovalchuk. *J. Appl. Phys.* **127**, 065106 (2020). DOI: 10.1063/1.5131369
- [19] S. Gorfman, O. Schmidt, M. Ziolkowski, M. Kozierowski, U. Pietsch. *J. Appl. Phys.* **108**, 064911 (2010). DOI: 10.1063/1.3480996
- [20] B. Khanbabaee, E. Mehner, C. Richter, J. Hanzig, M. Zschornak, U. Pietsch, H. Stöcker, T. Leisegang, D.C. Meyer, S. Gorfman. *Appl. Phys. Lett.* **109**, 222901 (2016). DOI: 10.1063/1.4966892
- [21] R.A. Smith. *Acta Crystallographica B* **31**, 2347 (1975). DOI: 10.1107/S0567740875007558
- [22] N.V. Marchenkov, A.G. Kulikov, A.A. Petrenko, Yu.V. Pisarevsky, A.E. Blagov. *Rev. Sci. Instruments* **89**, 095105 (2018). DOI: 10.1063/1.5036955
- [23] Н.В. Марченков, А.Г. Куликов, И.И. Аткин, А.А. Петренко, А.Е. Благов, М.В. Ковальчук. *УФН* **189**, 187 (2019). DOI: 10.3367/UFNr.2018.06.038348
- [24] A. Petrenko, N. Novikova, A. Blagov, A. Kulikov, Y. Pisarevskii, I. Verin, M. Kovalchuk. *J. Appl. Crystallography* **54**, 5, 1317 (2021). DOI: 10.1107/S1600576721007366

Редактор Т.Н. Василевская