

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ КРИСТАЛЛОГРАФИИ ИМ. А.В. ШУБНИКОВА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

на правах рукописи

Таргонский Антон Вадимович

**РАЗВИТИЕ ВРЕМЯРАЗРЕШАЮЩИХ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ
МЕТОДОВ И ИЗУЧЕНИЕ НА ИХ ОСНОВЕ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИ-
ОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

Специальность 01.04.18 – «Кристаллография, физика кристаллов»

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

член-корреспондент РАН, профессор Ковальчук Михаил Валентинович

Москва 2014

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ РАБОТЫ	8
ГЛАВА I. ОБЗОР МЕТОДОВ УПРАВЛЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИМ ПУЧКОМ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ВЛИЯНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ НА РЕНТГЕНОВСКИЙ ПУЧОК. ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ	12
1.1. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ	12
1.2. ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ	16
<i>1.2.1. Рентгеноструктурный анализ, порошковая дифрактометрия и метод малоуглового рассеяния</i>	<i>16</i>
<i>1.2.2. Основные уравнения динамической теории дифракции</i>	<i>18</i>
<i>1.2.3. Экспериментальная основа изучения динамического рассеяния рентгеновских лучей кристаллами. Двухкристалльная дифрактометрия</i>	<i>28</i>
<i>1.2.4. Возможности немеханического управления параметрами рентгеновского пучка</i>	<i>31</i>
1.3. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ С АКУСТИЧЕСКИМ ПОЛЕМ ...	31
<i>1.3.1. Изучение особенностей распространения ультразвуковых волн с помощью рентгеновского излучения</i>	<i>33</i>
<i>1.3.2. Особенности физики рентгеноакустического взаимодействия</i>	<i>36</i>
<i>1.3.3. Управление параметрами рентгеновского пучка с помощью рентгеноакустических взаимодействий</i>	<i>43</i>
1.4. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИСЛОКАЦИОННУЮ СТРУКТУРУ КРИСТАЛЛА	53
<i>1.4.1. Особенности поведения кристаллической структуры при больших ультразвуковых амплитудах</i>	<i>53</i>
<i>1.4.2. Методы исследования дефектной структуры кристаллов в условиях больших ультразвуковых амплитуд</i>	<i>54</i>
1.5. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ I	60

**ГЛАВА II. РАЗРАБОТКА НОВОГО МЕТОДА РЕГИСТРАЦИИ
КРИВЫХ ДИФРАКЦИОННОГО ОТРАЖЕНИЯ (КДО) С ПОМОЩЬЮ
РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ..... 62**

2.1.	ОПИСАНИЕ МЕТОДИКИ РЕГИСТРАЦИИ КДО.....	62
2.2.	МЕТОДИКА ПЕРЕСЧЕТА ФАЗОВОЙ РАЗВЕРТКИ КДО В УГЛОВЫЕ СЕКУНДЫ...	66
2.3.	РАЗРАБОТКА РЕНТГЕНООПТИЧЕСКИХ СХЕМ	67
2.3.1.	<i>РЕНТГЕНООПТИЧЕСКАЯ СХЕМА «ИСТОЧНИК-ОБРАЗЕЦ-АНАЛИЗАТОР»</i>	67
2.3.2.	<i>РЕНТГЕНООПТИЧЕСКАЯ СХЕМА «ИСТОЧНИК-МОНОХРОМАТОР-ОБРАЗЕЦ»</i>	68
2.4.	ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 2.....	70

**ГЛАВА III. РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИЕ РЕЗОНАТОРЫ ДЛЯ
УПРАВЛЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННЫМИ
ХАРАКТЕРИСТИКАМИ РЕНТГЕНОВСКОГО ПУЧКА..... 71**

3.1.	ОСОБЕННОСТИ ВОЗБУЖДЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ КОЛЕБАНИЙ В КРИСТАЛЛАХ	71
3.2.	РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ СОСТАВНЫХ И МОНОЛИТНЫХ РЕЗОНАТОРОВ	73
3.3.	РАЗРАБОТКА И ИЗГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ	81
3.4.	ИССЛЕДОВАНИЯ КОЛЕБАНИЙ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ ..	86
3.4.1.	<i>Электроакустический метод измерения</i>	86
3.4.2.	<i>Рентгенодифракционный метод</i>	90
3.5.	ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ	92
3.6.	ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3.....	95

**ГЛАВА IV. ОПИСАНИЕ РАЗРАБОТАННОГО
РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА..... 96**

4.1.	ОПИСАНИЕ СОЗДАННОЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ.....	96
4.1.1.	<i>Разработанный многоканальный анализатор</i>	99
4.2.	РЕАЛИЗУЕМЫЕ РЕНТГЕНООПТИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ.....	100
4.2.1.	<i>Рентгенооптическая схема «Источник-образец-анализатор»</i>	100

4.2.2. Рентгенооптическая схема «Источник-монохроматор-образец»	104
4.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ.....	107
4.4. ПРОВЕДЕНИЕ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ И ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ	111
4.5. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4.....	120
ГЛАВА V. ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ, КВАРЦА, ФТОРИДА ЛИТИЯ И ПАРАТЕЛЛУРИТА.....	121
5.1. ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОГО МЕТОДА ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ АМПЛИТУД УЛЬТРАЗВУКА	121
5.2. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ.....	123
5.3. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ КВАРЦА	125
5.4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ ФТОРИДА ЛИТИЯ	125
5.5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ ПАРАТЕЛЛУРИТА.....	127
5.6. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5.....	128
ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	129
ЛИТЕРАТУРА	130

ВВЕДЕНИЕ

Рентгеновское излучение благодаря своим уникальным свойствам широко и плодотворно используется во многих областях человеческой деятельности, особенно в медицине, промышленности, системах безопасности. Методы, основанные на изучении рассеянных исследуемым объектом рентгеновских лучей, широко применяются в научных исследованиях и разработках, в особенности в материаловедении.

Наибольшее развитие получили рентгенодифракционные (РД) методы исследования кристаллов. Методы рентгеновского анализа кристаллических материалов являются широко используемыми для научных и производственных целей. Использование рентгеновского излучения для исследования свойств, характеристик и параметров твердых тел в качестве инструмента, как правило, является необходимым этапом анализа. Хорошо известно, что кристалл – естественная дифракционная решетка для рентгеновского пучка, поскольку меж-атомные расстояния в кристалле соизмеримы с длиной волны рентгеновского излучения. Поэтому с одной стороны, среди способов изучения дефектной структуры материалов, методы исследования на основе дифракции рентгеновского излучения занимают важное место, так как обеспечивают неразрушающий и прецизионный контроль дефектной структуры кристаллических материалов. Кривые дифракционного отражения (КДО), т.е. распределение интенсивности дифракционного максимума, являются, по сути, паспортными характеристиками технических изделий из кристаллов. С другой же стороны использование рентгеновской дифракции в кристаллах позволяет эффективно управлять спектральными и пространственными характеристиками рентгеновского пучка.

В настоящее время одной из наиболее актуальных тенденций развития методологии РД исследований является переход к развитию методов **изучения динамики** поведения материалов в условиях внешних воздействий, а также ис-

следования сложных объектов, таких как неорганические наноразмерные образования, белковые кристаллы. Ключевой особенностью при проведении таких исследований является необходимость проведения экспериментов с малым объемом вещества за короткое время.

Для успешного выполнения таких исследований требуется проведение модернизации всего экспериментального комплекса. Основные экспериментальные потребности можно сформулировать следующим образом: высокая интенсивность рентгеновского пучка, быстродействующая регистрирующая аппаратура и быстрое управление параметрами эксперимента. Для решения первой задачи создаются и совершенствуются современные источники излучения: рентгеновские трубки с вращающимся или расплавленным анодом, синхротроны, ондуляторы, лазеры на свободных электронах. Решение второй задачи подразумевает создание и совершенствование быстродействующих детекторов, процессоров, шин и программного обеспечения, позволяющих своевременно обрабатывать весь поток данных. Трудности решения третьей задачи связаны с тем, что для использования рентгеновского пучка в качестве инструмента требуется управление пространственными и спектральными характеристиками, которое осуществляется с помощью набора рентгеновской оптики: РД элементов (кристаллов, многослойных структур), коллиматоров, зеркал, линз и многого другого. Принцип действия этих элементов различен, однако прецизионная оперативная перестройка условий эксперимента вызывает определенные трудности, поскольку изменение параметров рентгеновского пучка обычно осуществляется за счет механического перемещения рентгенооптических элементов.

Альтернативой механическому перемещению элементов является параметрическое влияние на рентгеновский пучок с помощью модуляции среды, в которой он распространяется, путем нагрева, электрического поля, ультразвука. Анализ возможностей по контролируемому и оперативному влиянию на среду показал, что **ультразвук** является наиболее удобным и эффективным способом влияния на кристаллическую решетку, а, следовательно, и на электромагнитную волну рентгеновского диапазона, которая распространяется в кристалле.

При этом особенности рентгеноакустических (РА) взаимодействий зависят от соотношения размеров рентгеновского пучка на исследуемом кристалле и длины ультразвуковой волны [1]. В области низкочастотного ультразвука, длина волны соизмерима с размерами образца, что позволяет создавать меняющуюся во времени и пространстве деформацию кристаллической решетки. Причем, это может быть квазипостоянная деформация или переменная по времени деформация с квадратичным или постоянным градиентом. При этом в первом случае можно управлять фокусировкой [2,3], а во втором, пространственным положением пучка (в случае дифракции расходящегося монохроматического пучка) или длиной волны (в случае дифракции параллельного «белого» пучка) [4]. Ультразвуковая деформация изменяется во времени, что при использовании стробоскопической техники, позволяет выделить временные интервалы с разными по знаку и амплитуде деформациями. Регистрация рентгеновского пучка в зависимости от фазы ультразвукового колебания позволяет сканировать условия дифракции с помощью ультразвуковой развертки. Развитию методов такого управления рентгеновскими пучками посвящена настоящая работа.

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ РАБОТЫ

ЦЕЛИ РАБОТЫ:

- Разработка нового метода рентгеноакустической дифрактометрии;
- Изучение пространственной структуры колебаний кристаллических материалов и разработка на этой основе элементов рентгеноакустической оптики;
- Разработка и создание рентгеноакустического дифрактометра;
- Исследования эволюции рентгенодифракционных характеристик технически важных кристаллов методом рентгеноакустической дифрактометрии.

В соответствии с поставленными целями в работе решались следующие задачи:

1. Разработка рентгенооптических схем с использованием стробоскопической системы регистрации, обеспечивающих возможности проведения исследований эволюции рентгенодифракционных характеристик с разрешением по времени;
2. Разработка и создание рентгеноакустических элементов: составных и монолитных резонаторов, использующихся в качестве рентгеноакустических монохроматоров и анализаторов. Исследование особенностей их работы;
3. Создание и экспериментальная апробация образца рентгеноакустического дифрактометра;
4. Экспериментальные исследования изменений рентгенодифракционных характеристик в условиях больших амплитуд ультразвуковых (УЗ) колебаний (вибрационных нагрузок) кристаллов кремния (Si), кварца (SiO₂), фторида лития (LiF) и парателлуриата (TeO₂).

НАУЧНАЯ НОВИЗНА:

1. Предложены и реализованы рентгенооптические схемы обеспечивающие проведение экспериментов с временным разрешением с помощью ультразвуковой развертки рентгеновского пучка.
2. Проведен трехмерный анализ ультразвуковых деформаций рентгеноакустического элемента на основе сочетания экспериментальных измерений рентгеновских дифрактограмм колеблющегося кристалла, измерений частотного спектра электромеханического отклика этого элемента и математического моделирования на основе метода конечных элементов.
3. Предложен, создан и исследован специальный элемент рентгеновской акустооптики – монолитный рентгеноакустический резонатор, применение которого позволило существенно расширить диапазоны перестройки рентгеновских параметров.
4. Разработан и впервые применен времяразрешающий рентгенодифракционный метод исследования деформационных процессов в кристаллических материалах на основе рентгеновской акустооптики.
5. Впервые изучена эволюция рентгенодифракционных характеристик кристаллов кремния, кварца, фторида лития и парателлуриата в широком диапазоне амплитуд ультразвуковых колебаний методом рентгеноакустической дифрактометрии. Обнаружены, ранее не исследованные обратимые изменения в кристаллах парателлуриата и фторида лития.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЗНАЧИМОСТЬ:

1. Предложенный и реализованный в настоящей работе метод управления пространственно-временными и спектральными характеристиками рентгеновского пучка с помощью РА монохроматора, может быть использован для создания РА дифрактометра с возможностями регистрации кривых дифракционного отражения (КДО) с высокой точностью и временным

разрешением на несколько порядков лучшим, чем в действующих традиционных дифрактометрах. При этом существенным преимуществом является скорость и точность проводимых измерений.

2. Созданная ультразвуковая приставка, а также предложенная и апробированная схема измерения КДО, в которой РА элемент используется в качестве монохроматора могут быть использованы для модернизации широко распространенных простых (в том числе неавтоматизированных) однокристалльных дифрактометров в высокоточный автоматизированный двухкристалльный дифрактометр.
3. Разработан комплексный подход к созданию, моделированию и тестированию РА элементов.
4. Результаты исследований изменения дефектной структуры кристаллических материалов непосредственно в процессе динамической ультразвуковой нагрузки образцов указывают на возможность определения параметров и контроля качества разнообразных элементов устройств, работающих в условиях вибрационных нагрузок.

Структура и объем диссертации: Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 136 страниц, включая 52 рисунка, 8 таблиц и список литературы из 102 наименований.

Глава 1 имеет обзорный характер и посвящена с одной стороны описанию методов формирования и управления рентгеновскими пучками с помощью традиционных рентгенооптических элементов, а с другой возможностям управления рентгеновским пучком с помощью рентгеноакустических (РА) взаимодействий в кристаллах

Глава 2 содержит описание предложенного нового метода управления рентгеновским пучком с помощью рентгеноакустических взаимодействий. Показано, что в схеме двухкристалльной рентгеновской дифрактометрии, с помо-

щью ультразвуковой модуляции параметра решетки одного из кристаллов, можно сканировать условия дифракции путем регистрации двухкристальных КДО.

Глава 3 посвящена описанию комплексного подхода к созданию и тестированию рентгеноакустических элементов, необходимых для реализации предлагаемого подхода

Глава 4 содержит описание разработанного рентгеноакустического дифрактометра, созданного на базе трехкристального рентгеновского спектрометра (ТРС), который представляет собой принципиально новый экспериментальный комплекс для проведения рентгенодифракционных (РД) и рентгеноакустических экспериментов с разрешением по времени

Глава 5 содержит результаты исследования методом рентгеноакустической дифрактометрии характеристик кристаллов в широком диапазоне амплитуд ультразвука. Такие исследования позволяют, во-первых, понять какие кристаллы и до каких предельных амплитуд можно использовать в качестве элементов РА оптики для управления рентгеновским пучком. Во-вторых, наблюдение эволюции РД характеристик в зависимости от амплитуды механических колебаний - это новые научные данные, способствующие пониманию динамики дефектообразования в кристаллах.

ГЛАВА I. ОБЗОР МЕТОДОВ УПРАВЛЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИМ ПУЧКОМ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ВЛИЯНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ НА РЕНТГЕНОВСКИЙ ПУЧОК. ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ.

1.1. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

Проведение исследований на современном уровне подразумевает использование для этих целей соответствующих по уровню методов и средств. Одними из наиболее распространенных методов используемых в физике твердых тел, материаловедении, химии, биологии и медицине являются методы основанные на взаимодействии изучаемого объекта с электромагнитным излучением различных спектральных диапазонов. Можно выделить радиочастотный, инфракрасный, видимый, ультрафиолетовый и рентгеновский диапазоны излучения. Для получения нужного диапазона, как правило, применяются специальные источники излучения, например газоразрядные трубки, лазеры, рентгеновские трубки и многое другое. Причем для каждого типа источника необходимы также собственные методы и подходы по проведению экспериментов, учитывающие специфику взаимодействия. Пожалуй, наиболее чувствительным и удобным методом исследования материалов с атомным разрешением являются методы, основанные на изучении рассеяния электро-магнитной волны рентгеновского диапазона на исследуемом объекте. При взаимодействии рентгеновского излучения с веществом может наблюдаться рассеяние и поглощение электромагнитной волны. Эти процессы, а также их комбинация лежат в основе большинства рентгеновских методов исследования и широко применяются на практике.

С другой стороны, в настоящее время одной из наиболее актуальных тенденций развития методологии структурных исследований динамических объектов и систем является переход от исследований объекта «до и после» к изучению непосредственно динамики процесса на основе времяразрешаю-

щих методов. Ключевой особенностью при проведении таких измерений является необходимость проведения экспериментов с малым объемом вещества за короткое время.

Для успешного решения этих задач требуется проведение модернизации всего экспериментального комплекса. Основные экспериментальные потребности можно сформулировать следующим образом: высокая интенсивность рентгеновского пучка, быстродействующая регистрирующая аппаратура и быстрое управление параметрами эксперимента. Для решения первой задачи создаются и совершенствуются современные источники излучения: рентгеновские трубки с вращающимся или расплавленным анодом, синхротроны, лазеры на свободных электронах. Решение второй задачи подразумевает развитие быстродействующих 0D, 1D, 2D счетчиков на различных принципах и быстродействующих процессоров, шин и программного обеспечения, позволяющих своевременно обрабатывать весь поток данных. Решение третьей задачи требует не меньших усилий. Так, для использования рентгеновского пучка в качестве инструмента требуется его подготовка и управление пространственными и спектральными характеристиками.

Поскольку непосредственное влияние на рентгеновский пучок затруднено, для формирования рентгеновского пучка создано и используется много типов рентгеновской оптики, базирующейся на различных принципах, где влияние осуществляется параметрически, путем направления рентгеновского пучка на различные вещества. Следует отметить, что весь спектр взаимодействий рентгеновского излучения с веществом можно классифицировать, взяв за основу происходящие при этом процессы.

Взаимодействия электромагнитного излучения с веществом происходят вследствие рассеяния фотонов на частицах вещества, что вызывает изменение направления распространения, при этом энергия фотонов может либо оставаться неизменной (упругое рассеяние), либо частично или полностью отдаваться материалу (неупругое рассеяние). Неупругие потери энергии фотонов могут быть вызваны возбуждением совместных колебаний атомных

ядер (фононов) или носителей заряда — электронов и дырок, а также ионизацией внутренних электронных орбиталей в атомах с низким порядковым номером (комбинационное рентгеновское или рассеяние Рамана). Для очень жесткого рентгеновского излучения с энергией фотонов, значительно превышающей энергию связи электронов в веществе, основным механизмом неупругого рассеяния является комптоновское рассеяние рентгеновских фотонов на квазисвободных электронах.

Упругое рассеяние (когерентное) рентгеновских фотонов связано с одной стороны с взаимодействием с томсоновским рассеянием на электронных оболочках атомов. Так как длина волны (или другими словами энергия) у всех рассеянных фотонов одинакова, такой вид рассеяния вызывает дифракцию, что означает перераспределение в пространстве интенсивности рассеянного пучка в результате интерференции лучей от нескольких атомов. При наличии трансляционной симметрии в расположении атомов (например, в кристаллах) в определенных направлениях возникают острые максимумы интенсивности рассеянной волны — дифракционные рефлексy. Целый ряд методов основан на явлениях дифракции, которые позволяют получать важные физические данные о дефектной структуре вещества, в том числе, локальном окружении атомов, надмолекулярной организации и элементах периодичности (типах частичной упорядоченности) [5-6].

Процесс поглощения рентгеновских фотонов ослабляет интенсивность фотонного пучка, пока он распространяется в среде, что связано в первую очередь с «выбиванием» из атомов остовных электронов, так называемой фотоионизацией. В таком процессе возникает свободный фотоэлектрон и вакансия (дырка) на подобающем электронном уровне атома. Все методы рентгеновской спектроскопии поглощения основаны на анализе зависимости коэффициента рентгеновского поглощения от энергии фотонов в падающем пучке; в методах рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии используют анализ энергетического и пространственного распределения фотоэлектронов [7].

Энергия, сообщенная системе в виде поглощенного рентгеновского кванта, может также приводить к разрыву химических связей и отщеплению молекулярных фрагментов (фотостимулированная десорбция ионов). Поглощение рентгеновского излучения полупроводниковыми материалами сопровождается повышением концентрации носителей заряда в зоне проводимости, т.е. увеличением электропроводности. На вторичных процессах, вызываемых поглощением кванта рентгеновского излучения, основаны различные виды спектроскопии: рентгенофлуоресцентной, оже-электронной, спектроскопии вторичных электронов и др.[8]

Поглощение рентгеновских фотонов веществом может происходить и за счет перехода атомных ядер в возбужденные состояния. На этом явлении основана гамма-резонансная (мёссбауэровская) спектроскопия. Как правило, этот вид спектроскопии не относят к рентгеновской, выделяя ее в отдельную область — гамма-спектроскопию.

Попадая на границу раздела фаз, рентгеновское излучение отражается от нее, при этом угол падения луча равен углу отражения. Однако, в отличие от видимого света, с ростом угла между падающим лучом и поверхностью вероятность отражения резко уменьшается, и при больших углах, характерных для обычной оптики, пучок проходит через границу раздела. Заметное отражение рентгеновских лучей наблюдается при очень малых скользящих углах падения ($\sim 0.1^\circ$) — эффект полного внешнего отражения. Глубина проникновения излучения в вещество при этом составляет лишь несколько атомных слоев. Конструкция рентгеновских зеркал и микрокапилляров выбирается с учетом данного эффекта, на нем основан ряд методов исследования поверхностей. Однако, наибольшее развитие получили методы основанные на использовании явлений дифракции рентгеновского пучка на образце.

1.2. ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

1.2.1. Рентгеноструктурный анализ, порошковая дифрактометрия и метод малоуглового рассеяния.

Для определения атомной структуры кристаллов (пространственной симметрии, параметров элементарных ячеек, типов и координат атомов, а также параметров их тепловых колебаний) традиционно применяется метод рентгеноструктурного анализа (РСА). Исходя из положения атомов в элементарной ячейке, с помощью математического аппарата можно рассчитать многие параметры, например, расстояния между атомами, торсионные и валентные углы и многое другое. В отличие от большинства структурных методов, РСА позволяет определить структуру исследуемого монокристалла без каких-либо предварительных сведений о его строении и даже элементарном составе. Экспериментальные данные в методе РСА представляют собой набор интенсивностей рефлексов и их угловых координат, которые возникают в случае дифракции рентгеновских лучей в кристаллах. Исходя из массива данных (интенсивностей рефлексов и угловых координат) в элементарной ячейке можно восстановить функцию распределения электронной плотности. В современных исследованиях чаще всего используют дифрактометрию монокристаллов на монохроматическом излучении [9-10].

Метод рентгенофазового анализа (РФА) или иначе порошковая дифрактометрия – основа экспресс-исследования структуры образцов поликристаллов. В эксперименте измеряется зависимость интенсивности рассеяния от одного угла 2θ . К преимуществам метода РФА по отношению к РСА стоит отнести то, что его можно использовать для исследования большего круга объектов: низкоразмерных образцов, слабо разупорядоченных многофазных систем, полимерных материалов, пленок, слоистых структур, наноразмерных композитов, минералов и много другого. С использованием РФА решаются такие задачи как полуколичественный анализ и качественное распознавание фаз в смесях, определение степени совершенства кристалли-

ческой структуры и размеров зерен кристаллических составляющих в полимерных материалах, определение текстуры и основной ориентации материалов, исследование фазовых переходов и равновесных состояний в твердых телах, а также проведение экспериментальных работ по нахождению параметров элементарных ячеек в зависимости от фазового состава или внешнего воздействия (давления, температуры), анализ твердотельных реакций и другое.

В основе метода малоуглового рентгеновского рассеяния (small-angle X-ray scattering (SAXS)) лежит явление рассеяния квантов рентгеновского пучка на неоднородностях материала. К достоинствам данного метода следует отнести возможность исследования морфологии полимерных материалов (включая биообъекты), формирование макромолекул в растворах веществ. В малоугловой области, на зарегистрированной дифрактограмме, также могут проявляться узкие дифракционные пики, которые строго соответствуют отражениям от атомных плоскостей решетки обладающей дальним порядком с межплоскостными расстояниями от 10 до 50 нм. Также путем организации специальной упаковки надмолекулярных объектов (полимерных глобул, наночастиц и других) создается такая же периодическая структура. По информации, полученной из анализа кривой спада интенсивности пучка, дифрагированного на объектах с полностью неупорядоченной структурой, можно судить о среднем размере частиц (размере неоднородных областей), а также можно проводить оценки распределения таких частиц по форме и размерам.

Из выше сказанного следует, что рентгеновские методики и в особенности методики связанные с использованием явления дифракции рентгеновских лучей на исследуемом объекте широко применяются для исследования различных объектов и продолжают развиваться. При этом, следует отметить, что наряду с задачами по исследованию традиционных объектов все чаще возникают запросы на изучение сложных, многофазных систем, нестабильных объектов, при этом большинство методов требует тщательной подго-

товки рентгеновского пучка, который осуществляется с использованием в основном дифракционных методов. Поэтому, целесообразно остановиться подробнее на теории дифракции, описывающей наблюдаемые явления.

1.2.2. Основные уравнения динамической теории дифракции

Явление дифракции рентгеновских лучей состоит в возникновении отклонённых (дифрагированных) лучей в результате интерференции упруго рассеянных электронными оболочками атомов вещества вторичных волн. Это явление с упорядоченным расположением атомов вещества и значительной величиной параметра пространственной дисперсии $\lambda/d \sim 5 \cdot 10^{-2 \div 1}$ (λ - длина волны рентгеновского излучения, d - межатомное расстояние в веществе). Явление дифракции является основным методом исследования атомной структуры веществ [11-16].

Хотя источники когерентного рентгеновского излучения имеют достаточно малые размеры и излучают на самом деле сферическую рентгеновскую волну теория дифракции рентгеновского излучения в монокристалле, первоначально построенная Эвальдом [17–19] и Лауэ [20], написана для случая плоской начальной волны.

Наиболее ярко дифракция рентгеновских лучей выражена в кристаллах, которые являются для них естественными трёхмерными дифракционными решетками. В направлениях, в которых вторичные, или иначе, рассеянные атомами вещества волны распространяются со строго одинаковыми фазами, и возникают дифракционные максимумы. В случае рассеяния на кристалле это условие совпадения фаз требует удовлетворения одновременно трех условий дифракции, по каждому из направлений для каждой из одномерных дифракционных решёток:

$$\begin{aligned} a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) &= H\lambda; b(\cos \beta - \cos \beta_0) = K\lambda; \\ c(\cos \gamma - \cos \gamma_0) &= L\lambda \end{aligned} \tag{1.1}$$

где a, b, c - периоды решётки кристалла по трём её осям; $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$ - углы, между направлением распространения падающей, а α, β, γ - рассеяной веществею волнами с осями решётки кристалла; H, K, L - целые числа, пропорциональные индексам кристаллографической системы атомных плоскостей, находящихся в отражающем положении. Уравнения (1.1) (так называемые уравнения Лауэ) можно представить в виде условия Вульфа –Брэгга. Поскольку углы $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$ фиксированы, а α, β, γ не являются независимыми, то система уравнений (1.1) обычно имеет крайне мало целочисленных решений, т.е. при рассеянии монохроматического рентгеновского излучения на неподвижном кристалле число дифракционных максимумов мало.

Способность кристалла рассеивать пучок зависят от его строения и линейных размеров. В случае рассеяния излучения идеальным мозаичным кристаллом и поликристаллом со средним размером зерна $l \leq 10^{-5}$ см описывается кинематическим приближением теории дифракции рентгеновских лучей [11, 15]. В ее рамках делается предположение, что интенсивность волны, рассеянной кристаллическим блоком, много меньше интенсивности начального поля. Это приближение правомерно для многих кристаллов. Согласно классической электродинамики, электрическое поле E_0 падающей на кристалл волны излучения с частотой ω и волновым вектором k_0 инициирует создание переменного дипольного момента, в результате этого процесса источником вторичной сферической волны становится каждый атом, при этом рассеивающая способность атома определяет амплитуду, а положение в кристаллической структуре - фазу. Амплитуда вектора напряжённости электрического поля, рассеянного одним атомом, равна:

$$E_j(s) = \frac{1}{R} [k_s [k_s E_0]] \left(\frac{e^2}{m\omega^2} \right) f(s) \exp[i(sr_j)]$$

где $f(s)$ - атомный фактор, в который включён также фактор Дебая-Уоллера; $r_j = pc + ta + nb$ - радиус-вектор расположения атома; $, n, t, p$ -

целые числа; $s = k_s - k_0$ - вектор рассеяния, $s = 4\pi \cos \vartheta / \lambda$; 2ϑ - угол между векторами k_s и k_0 (иначе угол рассеяния) угол ϑ также называется углом Брэгга; Векторные произведения определяют поляризационную зависимость $E_j(s)$; R - расстояние непосредственно от места наблюдения до точки рассеяния. При этом итоговая амплитуда рассеянного поля $E(s)$ является суммой $E_j(s)$ от всех атомов кристалла N :

$$E(s) = \sum_{j=1}^N E_j(s)$$

Относительная интенсивность рассеянного в единичный телесный угол излучения равна:

$$\frac{I_s}{I_0} = \int |E(s)|^2 R^2 d\Omega = \sigma_e P(\vartheta) |f(s)|^2 \sum_{l=1}^N \sum_{k=1}^N \exp[i(s, r_j - r_k)] \quad (1.2)$$

где I_s - интенсивность начального излучения, $\sigma_e = \left(\frac{e^2}{mc^2} \right)^2$ - сечение электрона для рассеяния излучения (m, e его масса, заряд, а и c - скорость света); $P(\vartheta)$ - множитель поляризации. В случае неполяризованного излучения $P(\vartheta) = \frac{1}{2}(1 + \cos^2 2\vartheta)$; $\sigma_e P(\vartheta) |f(s)|^2$ - сечение рассеяния атомом; в формуле (1.2) экспоненты записаны с учетом пространственных сдвигов фаз между волнами, которые были рассеяны j -м и k -м атомами. Если в кристалле несколько атомов в элементарной ячейке, то в формуле (1.2) $f(s)$ надо заменить на $F(s)$ - структурный фактор, в этом случае r_j - радиус-вектор расположения j -й элементарной ячейки.

Для случая идеального кристалла вид суммы в формуле (1.2) представляет собой геометрическую прогрессию. Если кристалл содержит $N = N_a N_b N_c$ элементарных ячеек ($N_{a,b,c}$ - количество периодов по векторам элементарных трансляций a, b, c), изготовлен в виде правильного параллелепи-

педа, то суммирование в формуле (1.2) приводит к интерференционной функции Лауэ:

$$\frac{\sin^2[N_a(sa/2)]}{\sin^2(sa/2)} \cdot \frac{\sin^2\left[N_b\left(\frac{sb}{2}\right)\right]}{\sin^2\left(\frac{sb}{2}\right)} \cdot \frac{\sin^2[N_c(sc/2)]}{\sin^2(sc/2)}$$

максимальные значения которой (т. н. главные дифракционные максимумы) равны $(N_a N_b N_c)^2$, т. е. $\sim V^2$ (V - объём кристалла), при значениях s, a, b, c , удовлетворяющих условиям, эквивалентным уравнениям Лауэ (1.1): $(sa) = 2\pi H, (sb) = 2\pi K, (sc) = 2\pi L$. В случае выполнения этих условий, вектор *обратной решётки* \mathbf{g} равен вектору рассеяния \mathbf{s} для дифракционного направления, другими словами $k_g = k_0 + \mathbf{g}$. Угловая ширина дифракционного пика в плоскости дифракции равна $2\pi/N_g$, где N_g - количество периодов решетки кристалла вдоль направления вектора \mathbf{g} . Если, например, $N_g \sim 10^4$, то угловая ширина пика будет примерно 10^{-4} радиан. При увеличении объёма кристалла интенсивность главных дифракционных пиков возрастает примерно как V^2 , а ширины уменьшаются как примерно как $V^{-2/3}$. На **рис. 1.1** представлена одномерная интерференционная функция Лауэ, где ϑ - отстройка по углу от точного положения Брэгга.

Способность кристалла к рассеиванию рентгеновского пучка интегрально по углу при условии нахождения его в отражающем положении, пропорциональна объёму кристалла V , таким образом, относительная интегральная интенсивность

$$I_H^g/I_0 = Q(g)V \quad (1.3)$$

где $Q(g) = K\sigma_e P(\vartheta)L(\vartheta)|F(g)|^2 \lambda^3/V_{эл}^2$ - рассеивающая удельная способность; λ - длина волны рентгеновского излучения; $V_{эл}$ - объём элементарной ячейки; значения фактора интегральности $L(\vartheta)$ и константы K определя-

ются схемой дифракции. В случае применения кристалла с заметным поглощением в $Q(g)$ нужно учитывать экстинкционное уменьшение интенсивности проходящего и дифрагированного пучков внутри кристалла. При дифракции рентгеновских лучей в мозаичном кристалле имеет место явление вторичной экстинкции.

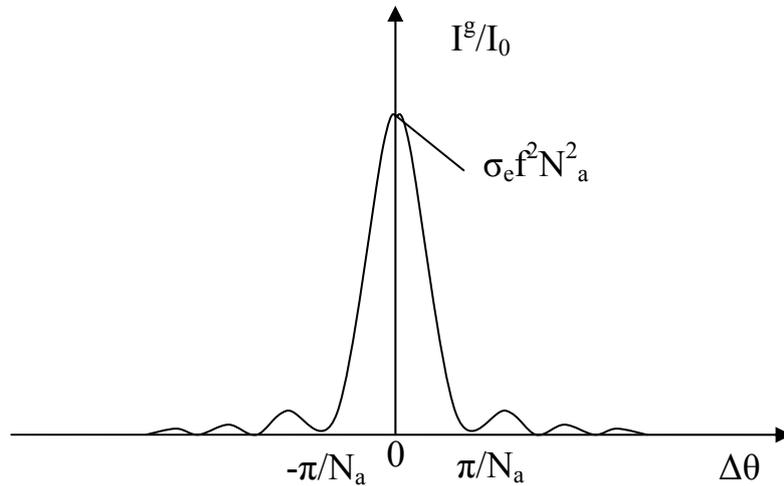


Рис. 1.1: Зависимость относительной интегральной интенсивности от угловой отстройки от точного угла Брэгга в случае одномерной интерференционной функции Лауэ;

В случае кинематической дифракции кристаллов с нарушениями дальнего порядка строения, а также в стёклах, аморфных телах и жидкостях истинную интенсивность можно определить, проводя усреднение формулы (1.2) при всех возможных конфигурациях атомов в пространстве. При этом функция корреляции $\omega(r_{jk})$ задаёт вероятность реализации [16, 21]:

$$\langle I_s / (I_0 \sigma_e P(\vartheta)) |f(s)|^2 \rangle = N + N(N-1) \int_0^V \int_0^V \exp[i(s, r_j - r_k)] \frac{dv_j}{V} \frac{dv_k}{V} -$$

$$- N(N-1) \int_0^V \int_0^V \omega(r_{jk}) \exp[i(s, r_j - r_k)] \frac{dv_j}{V} \frac{dv_k}{V}$$

Переменная N описывает случай рассеяния пучка неупорядоченным комплексом частиц, состоящим из N атомов. Вторая часть – квадрат модуля фурье-образа от формы кристалла, что задает описание случая дифракции Фраунгофера на объекте рассеяния целиком. Она вызывает очень слабое ди-

фракционное размытие прошедшего луча на угол $\Delta\vartheta \sim \lambda/D$ (где D - диаметр объекта), что заметно только в случае рассеяния на микроскопических и субмикроскопических объектах (например, биологических молекулах, где $D \geq 10^{-5}$ см и $\Delta\vartheta \geq 10^{-3}$ радиан). Данный факт используется для исследования их формы (метод малоуглового рассеяния). Третья часть зависит от корреляции в пространственном положении атомов в объекте рассеяния и, таким образом, несет в себе информацию о координатах атомов в элементарной ячейке кристалла. Механизм такого взаимодействия чрезвычайно близок к рассеянию света на вариациях параметров объекта. Нарушения периодичности строения кристаллов отражаются в уменьшении интенсивности главных дифракционных пиков по сравнению с их интенсивностью для идеального кристалла и появлению дополнительного фона, который плавно зависит от угла рассеяния. С помощью исследования диффузного рассеяния можно установить характер искажений кристаллической структуры [22].

Для некристаллических объектов функция $\omega(r_{jk})$ обычно изотропна, поэтому дифрагированная интенсивность аксиально симметрична по отношению к первичному пучку. Дифракционные пики имеют вид колец, интенсивность которых достаточно быстро ($\sim |f[\sin \vartheta/\lambda]|^2$) спадает при увеличении угла ϑ . Слабая связь в расположении этих атомов в пространстве оказывает влияние на дифракционные кольца и они имеют вид размытых широких гало, угловое положение которых зависит от средних межмолекулярных (межатомных) расстояний, что дает возможность определить функцию радиального распределения зарядовой плотности в среде $\rho(r)$ [21].

Кинематическое приближение дифракции рентгеновских лучей представляет собой борновское приближение в решении уравнения (1.5); следует отметить, что связь между континуальным (на основе поляризуемости $\chi(r, \omega)$) и дискретным (на основе атомного фактора $f(g)$) описаниями взаимодействия вещества кристалла с рентгеновским пучком может быть записана в виде:

$\chi_g = -4\pi(e^2/m\omega^2 V_{эл}^{-1}F(g))$, где χ_g - фурье-компонента разложения $\chi(r, \omega)$ в ряд по векторам обратной решётки g .

С использованием этого соответствия, рассеивающую интегральную способность (1.3) можно записать в виде:

$$\frac{I_{gH}}{I_0} = \pi^2 \frac{1+\cos^2 2\vartheta}{2 \sin 2\vartheta} \left| \chi_g \right|^2 \frac{V}{\lambda} \quad (1.4)$$

Кинематическое приближение перестает быть применимым, если линейные размеры идеального кристалла становятся больше $l > 10^{-5}$ см. Дифракция рентгеновских лучей в этом случае должна описываться динамической теорией дифракции, в соответствии с которой интегральная и удельная отражающие способности идеального кристалла, а также структура поля в его объёме строго отличаются от результатов в случае кинематического приближения.

Динамическая теория основана на более полном решении волнового уравнения для вектора электрического смещения $D(r, \omega)$ [23] с учётом обратного воздействия дифракционного луча на проходящий пучок:

$$\Delta D + k^2 D \approx -rot rot (\chi D) \quad (1.5)$$

где правая часть связана с вторичными полями, наведёнными в кристалле извне. Метод Фурье является основным для решения (1.5), что приводит к понятию дисперсионной поверхности [11; 15]. Кроме того широко используется и метод медленно меняющихся амплитуд (уравнений Такаги) [23].

Особенности динамической дифракции проявляются уже в простейшем случае двух волн – дифракционной (g) и проходящей (0). В самом важном случае необходимо рассматривать дифракцию плоской волны на кристаллической пластине (**Рис.1.2**).

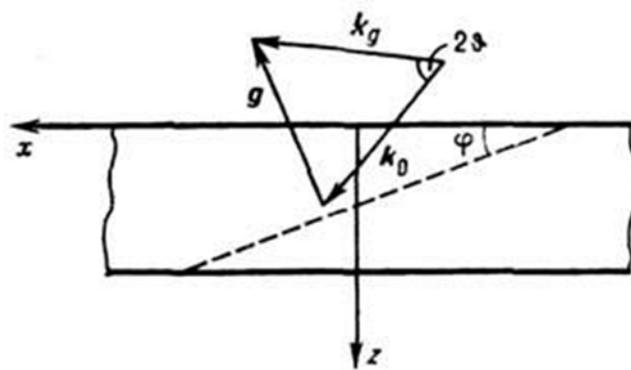


Рис. 1.2: Двухлучевая дифракция на кристаллической пластине: 2ϑ - угол между волновыми векторами дифракционной k_g и проходящей k_0 волнами; φ - угол между осью x и той атомной плоскостью (показана пунктиром), что находится в отражающем положении для семейства атомных плоскостей; \mathbf{g} - вектор дифракции (вектор обратной решетки).

Решение уравнения (1.5) резко различается для двух геометрий дифракции: брэгговского отражения и лауэвского пропускания.

Простейшим случаем **брэгговского отражения** является симметричное ($\varphi = 0$) отражение от полубесконечного centrosимметричного непоглощающего кристалла. Для этого случая решение (1.5) при соответствующих граничных условиях даёт следующее выражение для относительной интенсивности рассеяния на поверхности кристалла ($z = 0$):

$$\frac{I^g(\eta)}{I_0} = \begin{cases} 1, & |\eta| < 1 \\ \left(|\eta| + \sqrt{\eta^2 - 1} \right)^2, & \eta < -1, \eta > 1, \end{cases}$$

где $\eta = (\alpha_g + \chi_0)/\chi_g$ - величина, пропорциональная угловой отстройке $\Delta\vartheta$; $\alpha_g = -\sin 2\vartheta \cdot \Delta\vartheta$. Этот результат показывает, что в области углов

$$(\chi_0 - \chi_g)/\sin 2\vartheta < \Delta\vartheta < (\chi_0 + \chi_g)/\sin 2\vartheta$$

будет иметь место полное отражение всего падающего пучка (**рис.1.3**). Угловая ширина этой области определяется только диэлектрическими свойствами кристалла и составляет $2\chi_g/\sin 2\vartheta \sim 10^{-5}$ рад. Эта область сдвинута на угол $\chi_0/\sin 2\vartheta \sim 10^{-5}$ рад от точного угла Брэгга вследствие преломления.

Интенсивности проходящего I_0 и дифракционного I_g излучения в пределах этой области углов внутри кристалла экспоненциально уменьшаются при увеличении глубины z :

$I^{0,g}(z) \sim \exp(-z/l_{ext})$, где $l_{ext} = 2 \sin \vartheta k^{-1} \cdot (\chi_g \chi_{-g})^{-1/2} \sim 10^4 \div 10^6$ атомных периодов. Это затухание имеет чисто интерференционную природу и называется первичной экстинкцией. Расстояние l_{ext} , на котором $I^{0,g}(z)$ убывает в e раз, называется глубиной экстинкции. В отличие от формулы (1.4) интегральная рассеивающая способность пропорциональна первой степени $|\chi_g|$ и имеет иную поляризационную зависимость:

$$\frac{I_H^g}{I_0} = a \frac{1+|\cos 2\vartheta|}{2 \sin 2\vartheta} |\chi_g|, \quad \text{коэф. } a = 8/3. \quad (1.6)$$

Несмотря на существование области полного отражения, кинематическая интегральная интенсивность, определяемая формулой (1.4) в несколько десятков раз больше динамической. Это связано с малой угловой шириной дифракционного пика.

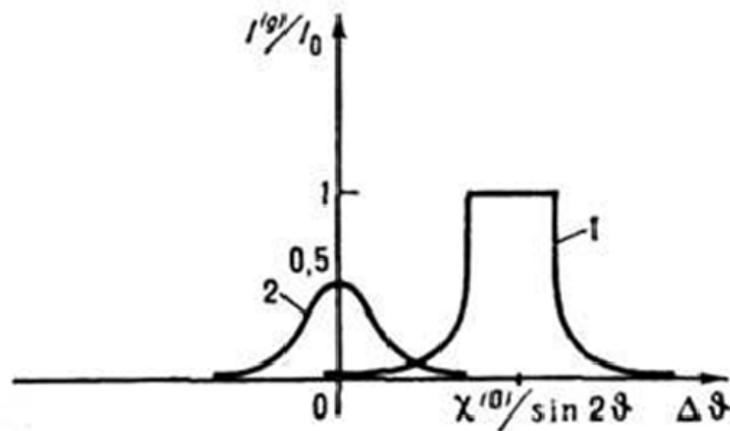


Рис. 1.3: Угловые зависимости интенсивностей дифракционных максимумов в случае непоглощающего центросимметричного кристалла.

(1): Симметричное ($\varphi = 0$) брэгговское отражение от полубесконечного кристалла. Ширина области полного отражения $\chi_g / \sin 2\vartheta$. Её центр сдвинут из-за преломления на угол $c_0 / \sin 2\vartheta$.

(2): Симметричное ($\varphi = \pi/2$) лауэвское прохождение. Максимальная интенсивность равна $1/2$. Форма максимума - лоренцовская, полуширина равна $\chi_g / \sin 2\vartheta$. Максимум расположен в точном угле Брэгга.

В симметричном случае Лауэ ($\varphi = \pi/2$) относительная интенсивность рассеянной волны для непоглощающего кристалла принимает вид:

$$\frac{I^g(\eta)}{I_0} = \frac{1 - \cos[2\pi z/T(\eta)]}{2(1 + \eta^2)}$$

Кроме того осциллирует с периодом $T(\eta) = \pi \cot \vartheta l_{\text{ext}}(1 + \eta^2)^{-1/2}$, который определяется глубиной экстинкции l_{ext} ; $\eta = \alpha_g/2\chi_g$. Дифракционный пик находится точно под углом Брэгга и может быть описан лоренцевской формой (**Рис. 1.3**) с шириной $2\chi_g/\sin 2\vartheta$. Если пучок направляется на кристаллическую пластинку под углом Брэгга ($\eta = 0$), то этом случае $I^g(0)/I_0$ будет меняться от 0 до 1 в соответствии с периодом осцилляции $T(0) = \pi \cot \vartheta \cdot l_{\text{ext}}$, т. е. в дифракционной волне периодически будет сосредотачиваться вся интенсивность поля. В то же время, относительная интенсивность $I^0(\eta)/I_0$ будет осциллировать с тем же периодом, но при этом будет наблюдаться опережением по фазе на $\pi/2$. Поведение поля напоминает передачу энергии при связанных колебаниях маятников и называется поэтому маятниковым решением. Когда ($\eta \neq 0$) (при некоторой отстройке) от угла Брэгга ϑ передача энергии частичная, а с учётом поглощения она носит затухающий характер. Структура получаемого поля такова, что проходящий и дифракционный лучи образуют единую самосогласованную систему, так что выделение отдельно прошедшей и дифрагированной волн происходит на его выходной поверхности, а не внутри кристалла. Для толстых кристаллов имеет место эффект аномального прохождения рентгеновских лучей. Среднее по T значение интегральной интенсивности рассеянного излучения также определяется формулой (1.6) при $a = \pi/2$.

Данные виды дифракции: случай брэгговского отражения и лауэвского пропускания широко используется для монохроматизации рентгеновского пучка и получения слабо расходящихся ($\Delta\vartheta \sim 1''$) высокоинтенсивных пучков рентгеновских лучей. В совершенных кристаллах со слабыми искажениями

изучение дифракции рентгеновских лучей позволяет получить информацию о строении и типе дефектов, их распределении и плотности по объёму [16].

В рамках настоящей динамической теории дифракции решены задачи распространения рентгеновского пучка в идеальном кристалле с постоянным градиентом деформаций, с нарушенным приповерхностным слоем а также в модулированных и многослойных кристаллах, что дает возможность искать решение обратных задач по восстановлению строения кристаллов в случае одномерного поля искажений по дифракционным данным. В целом важно отметить, что на настоящий момент решены задачи дифракции сферических и коллимированных волн; рассмотрены особые многоволновые случаи, а также особенности, возникающие в условиях асимметричной дифракции, когда вместе с дифракцией наблюдается эффект полного внешнего отражения. Подробный анализ интерференционной структуры электро-магнитного поля излучения в кристалле при динамической дифракции рентгеновских лучей позволило создать новые дифракционные методы исследования особенностей структуры тонких приповерхностных слоев монокристаллов [21].

1.2.3. Экспериментальная основа изучения динамического рассеяния рентгеновских лучей кристаллами. Двухкристалльная дифрактометрия

Развитие динамической теории дифракции дало возможность исследователям с одной стороны разрабатывать различные виды рентгеновской оптики для управления спектральными и пространственными характеристиками рентгеновского пучка, а с другой изучать материалы с помощью таких пучков. Для управления рентгеновскими пучками создано большое

Закон Вульфа-Брэгга устанавливает связь между тремя физическими величинами: углом, параметром кристаллической решетки (межплоскостным расстоянием) данного кристалла и энергией (длиной волны) используемого рентгеновского излучения. В общем случае для записи кривой дифракцион-

ного отражения необходимо вывести кристалл из точного брэгговского положения путем воздействия и изменения одного из этих параметров. Обычно переменными в экспериментах являются угол падения рентгеновских лучей на кристалл и длина волны (например, при проведении экспериментов на синхротронных источниках излучения), а межплоскостное расстояние считается постоянной величиной. Существует множество различных схем для изучения динамического рассеяния рентгеновских лучей кристаллами, например схемы с вращающимся детектором и источником, но неподвижным образцом, однако мы рассмотрим простейший случай, который является экспериментальной базой подобных экспериментов с 1927 года и по настоящее время – двухкристальный рентгеновский спектрометр. Принципиальная схема такой установки показана на **рис. 1.4**.

Расходящийся пучок рентгеновских лучей от источника проходит через коллимирующую щель и направляется на кристалл, выполняющий роль монокроматора, с широким входным угловым распределением.

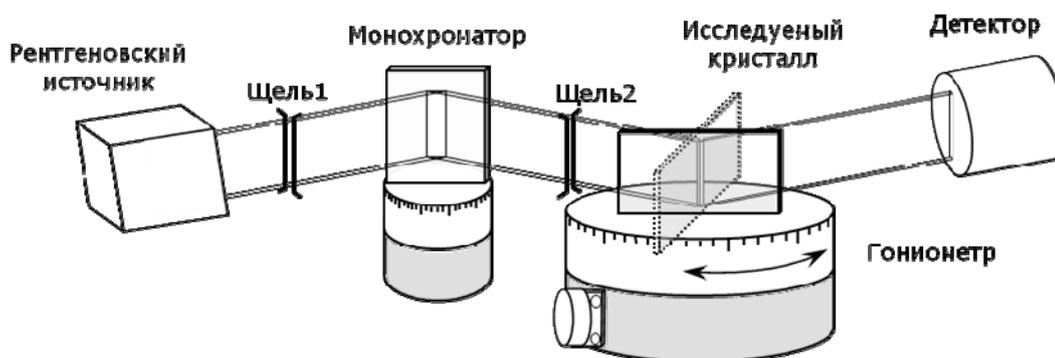


Рис 1.4 Рентгенооптическая схема регистрации кривой дифракционного отражения (КДО) известным способом с помощью поворота исследуемого кристалла на определенный интервал в окрестности угла Брэгга.

Этот кристалл выполняет две важные функции: монохроматизация излучения от источника (удаляет фон тормозного рентгеновского излучения, пропускает только характеристическую составляющую) и угловая коллимация отраженного пучка. Таким образом, кристалл-монокроматор управляет сразу двумя характеристиками рентгеновского пучка: пространственной и спектральной расходимостью. Такие кристаллы-монокроматоры, как прави-

ло, изготавливаются из кристаллов высокой степени структурного совершенства при условии качественной обработки обычно из бездислокационных монокристаллов кремния **Si** или германия **Ge**. Рентгеновский пучок, отраженный от кристалла-монокроматора проходит через узкую щель, с использованием которой осуществляется выделение требуемой энергии излучения или иначе характеристической линии спектра рентгеновского источника (при этом традиционно выбирается линия из дуплета К-серии). Подготовленный с помощью таких процедур пучок направляется на исследуемый объект, который располагается на гониометрической системе и способен медленно и точно вращаться в некотором угловом диапазоне вблизи точного брэгговского положения с прецизионным отсчетом угла поворота. В эксперименте регистрируется интенсивность дифрагированного кристаллом пучка в зависимости от угла поворота $\Delta\theta$ кристалла относительно оси, перпендикулярной плоскости дифракции с помощью детектора. С помощью такой схемы есть возможность регистрировать незначительные ($10^{-4} - 10^{-5}$) изменения параметров кристаллической решетки в приповерхностных слоях, а также объеме кристалла, в случае выполнения условий дифракции Лауэ.

Таким образом, кривые дифракционного отражения принято записывать с помощью механической системы поворота кристалла. Важно отметить, что несмотря на успешное развитие механических систем для проведения подобных экспериментов, значительное увеличение точности регистрации, точности позиционирования и улучшения других важных параметров, общая методика не претерпела каких-либо значительных изменений, а значит, современные системы обладают все теми же недостатками, которые невозможно полностью исключить в ее рамках: в их числе невозможность измерения быстропротекающих процессов, громоздкость, сложность в производстве, обслуживании дифрактометров и ряд других недостатков.

1.2.4. Возможности немеханического управления параметрами рентгеновского пучка

Следуя формуле Вильфа-Брэгга $2d\sin\theta=\lambda$, где d - межплоскостное расстояние, θ – угол брэгга, λ - длина волны, должна быть возможность вариации не только угла падения рентгеновского пучка на исследуемый объект, а, например, изменение длины волны, что реально осуществимо при проведении экспериментов на синхротронных источниках излучения. Однако, в таком случае выбор требуемой длины осуществляется с помощью кристалломонокроматоров, и следовательно изменение длины волны также связано с поворотом кристаллов и все недостатки остаются. Таким образом, остается единственный возможный параметр с помощью которого можно сканировать условия дифракции– межплоскостное расстояние. Изменение межплоскостного расстояния может происходить вследствие внешнего механического воздействия, нагрева, электрического поля, ультразвука.

Ультразвук является, по-видимому, наиболее удобным, простым и эффективным способом контролируемого влияния на среду. Кроме того, межплоскостное расстояние будет изменяться в некотором диапазоне с периодом равным периоду ультразвуковых колебаний, что дает возможность проводить сканирование некоторой области в зависимости от фазы колебания.

Использование ультразвуковых колебаний для управления рентгеновским пучком требует глубокого анализа особенностей рентгеноакустических взаимодействий.

1.3.ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ С АКУСТИЧЕСКИМ ПОЛЕМ

Рентгеноакустические взаимодействия происходят вследствие изменений условий дифракции рентгеновских лучей при деформации кристаллической решетки упругой волной. Рентгеновские лучи чувствительны к положению атомов кристаллической решетки и их смещение под действием упругой волны вызывает изменения в картине рассеяния. Первой работой, в которой

было обнаружено влияние ультразвука на дифракцию рентгеновских лучей, следует считать работу Дж. В. Фокса [24], где показано, что при включении ультразвука, путем возбуждения пьезоэлектрическим способом кристаллической пластины кварца, наблюдается эффект изменения интенсивности рассеяния рентгеновских лучей. А именно, наблюдалось возрастание количества лауэвских пятен и их яркости, причем данный эффект проявлялся только на частотах близких к резонансным и усиливался в случае увеличения амплитуды колебаний. Важными следствиями данной работы является то, что с одной стороны рентгеновские лучи благодаря своей чувствительности к колебаниям кристаллической решетки могут служить инструментом по визуализации и изучению распространения колебаний и волн в кристаллах. С другой стороны, поскольку свойства самого рентгеновского пучка меняются в результате воздействия ультразвука, должна существовать возможность управления рентгеновским пучком с помощью ультразвуковых колебаний. В то же время реализация этих возможностей требовала более глубокого анализа физики рентгеноакустических взаимодействий.

Таким образом, всю область изучения рентгеноакустических взаимодействий в кристаллах можно условно разделить на три направления. Первое направление, развитое в наибольшей степени, посвящено изучению особенностей распространения ультразвуковых поверхностных и объемных волн в кристаллах с помощью рентгеновского излучения. Развитие второго направления - изучение физики рентгеноакустических взаимодействий показало, что особенности зависят от соотношения между длиной волны ультразвука и размерами рентгеновского пучка [25]. Использование всех этих особенностей для управления рентгеновским пучком (третье направление) в основном сводилось к модуляции интенсивности рентгеновского пучка.

1.3.1. Изучение особенностей распространения ультразвуковых волн с помощью рентгеновского излучения

С помощью рентгеновского излучения широко и успешно проводятся исследования распределения амплитуд деформаций в резонаторах, особенностей распространения поверхностных и объемных волн в кристаллах.

Одними из наиболее эффективных методов изучения распределения поверхностных и объёмных ультразвуковых волн в кристаллах является дифракция рентгеновских лучей. С использованием рентгеновских методов, широко и плодотворно проводятся изучение особенностей процессов распространения бегущих и стоячих волновых поверхностей, а также мониторинг картины упругого волнового поля, регистрация амплитуд акустических волн, наблюдение и анализ связанных мод колебаний и их пространственной структуры, кроме того качественная и количественная характеристика процессов колебаний. Следует отметить, что практический интерес к данным работам, во многом обеспечивается широким распространением устройств и схем на основе поверхностных акустических волн (ПАВ), поскольку длина экстинкции рентгеновского луча, т.е. глубина сканирования соответствует ширине распространения такой акустической волны.

Методы высокоразрешающей рентгеновской топографии являются одними из основных подходов к исследованию распределения объемных и поверхностных акустических колебаний в кристаллах. Основой успешного применения данного метода является тот факт, что он чрезвычайно чувствителен к искажениям пространственной структуры кристаллической решетки акустической волной и по сути обладает уникальными свойствами для качественного и количественного исследования распространения упругих (ультразвуковых) волн в кристаллах. С использованием данного метода можно в широком диапазоне частот (от 10 кГц до 10 ГГц) с существенным пространственным разрешением регистрировать параметры акустических волн, анали-

зировать диссипацию энергии колебаний и проводить исследование взаимодействия ультразвуковых волн с наведенными неоднородностями кристаллов.

Колебательные моды и исследования дифракционного контраста, зафиксированные с помощью рентгеновской топографии колебаний кварцевых резонаторов были проанализированы в работе [26]. Такой метод исследований широко применяется в промышленности. Проведение таких исследований зачастую необходимая процедура для оптимизации процессов синтеза, подготовки и обработки готовых изделий с целью достижения постоянно возрастающих требований к совершенству колебательных характеристик. Образец рентгеновской топограммы от кварцевого резонатора изображен на **рис.1.5**. Сложная мода колебаний, которая вызвана взаимодействием разных мод ультразвуковых колебаний и определенная как стадия ангармонических колебаний, в том случае если в объекте наблюдаются негармонические компоненты высших порядков сдвиговых мод колебаний по толщине. В данных исследованиях установлено, что ангармоничность колебания могут вызывать выбор не оптимального соотношения между диаметром резонатора и толщиной или неоптимальной толщиной нанесенного на поверхность электрода.



Рис. 1.5. топограмма кристаллического кварцевого резонатора в котором возбуждены ультразвуковые колебания с амплитудой 80 мкА/мм^2 . Хорошо заметны ангармонические деформации.

Авторами работы [27] исследовались, создаваемые ультразвуком в кварцевых резонаторах особого, АТ–среза влияния ультразвуковой волны и поля

упругих деформаций с помощью рентгенотопографического контраста дефектов. В частности авторами показано, что распределения полей упругих деформаций и дислокации в кристалле претерпевают смещения из равновесного положения при вариации амплитуды ультразвука. Кроме того, было обнаружено расслаивание дислокаций, а также изменение контраста дислокаций вдоль длины или смена цвета дислокационного контраста с черного на белый. С использованием расчетов изображений проекций дислокаций был characterized тип деформаций внутри кристалла и просчитана амплитуда колебаний путем сравнения изображений дислокаций с экспериментальными топограммами.

Подход к изучению колебаний в кристаллических элементах на основе топографии также продемонстрирован в [28], где были исследованы колебания резонаторов из кристаллов лангсита и фосфата галлия. анизотропия распределения амплитуды колебаний в таких системах явно видна на **рис. 1.6.**

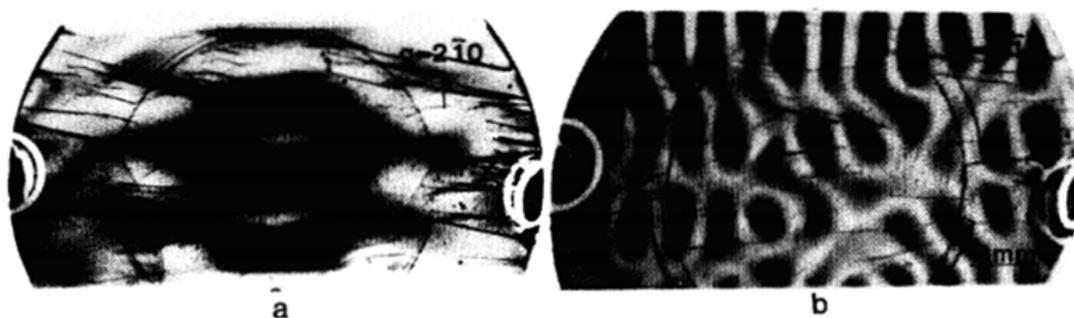


Рис. 1.6. Рентгеновская топограмма показывающая распределение колебаний в а) основной компонента u_x б) поперечная компонента u_y

Кроме того, большой интерес вызвало исследование особенностей создания и распространения поверхностных акустических волн (ПАВ) и мониторинг волнового фронта ПАВ на поверхности кристаллов при детектировании дифрагированного рентгеновского пучка на топограммах. Здесь, в качестве примера можно привести работы [29],[30]

Для случая бегущей волны имеет место фокусировка рентгеновского пучка минимумами ультразвуковой волны в ближней зоне дифракции. Если возбуждается стоячая ультразвуковая волна, то фокусировка рентгеновского

излучения происходит попеременно пучностями этой волны. Авторами была разработан подход, позволивший производить быструю регистрацию рентгеновских топограмм, что позволило визуализировать периодические процессы, происходящие в кристаллах с высокой скоростью. Полученная в таком случае топограмма приведена на **рис. 1.7**.

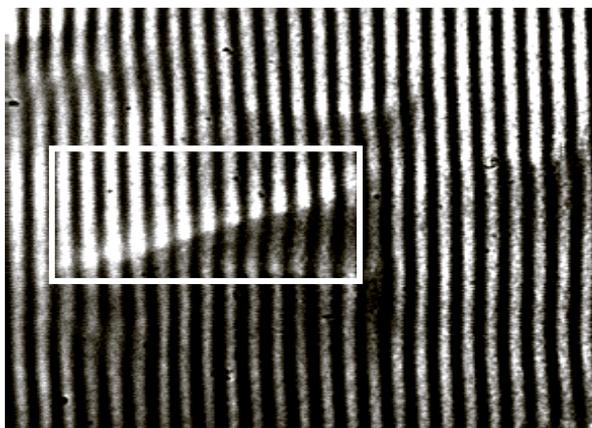


Рис. 1.7. Топограмма кристалл ниобата лития промодулированного с помощью ПАВ. Период 6 мкм. Прямоугольником выделена дислокационная область

Из анализа полученных топограмм (**рис. 1.7**) можно заключить, что волновой фронт искажается при прохождении ПАВ через дефекты кристалла в результате диссипации энергии колебаний. В дальнейшем, в работе [31] был проанализирован контраст полученных изображений ПАВ и показано, что количественный анализ искажений фронта волн несет важные данные о степени взаимодействия фононов с дислокациями в кристалле, что представляется наиболее интересным при исследовании теплопроводности материалов.

1.3.2. Особенности физики рентгеноакустического взаимодействия

Для подробного описания необходимо ввести классификацию наблюдаемых явлений. Наиболее удобной, в нашем случае, является классификация, впервые предложенная в работе [25]. Так, было обнаружено, что характер рентгеноакустического взаимодействия зависит от соотношения между длиной ультразвуковой волны и шириной области засветки рентгеновского пучка, а в случае если направление распространения упругой волны и рент-

геновского пучка совпадают, то вместо области засветки для характеристики удобно использовать глубину экстинкции. В соответствии с предложенной классификацией можно выделить два диапазона. Области коротковолнового ультразвука, когда рентгеновским пучком локализуется, созданная ультразвуком сверхрешетка и длинноволнового ультразвука, в которой рентгеновским пучком локализуются области соответствующие элементам статической рентгеновской оптики, возникающие, например, в случае изогнутого или нагретого кристалла. Особняком же стоит специальная область рентгеноакустического взаимодействия – область рентгеноакустического резонанса. С помощью ультразвуковых колебаний, направленных вдоль нормали к поверхности кристаллической пластины в геометрии Лауэ в работе [32] был обнаружен, а в работах [33],[34] экспериментально и теоретически изучен специальный эффект рентгеноакустического резонанса. Данный резонансный процесс, приводит к подавлению эффекта аномального прохождения рентгеновских лучей (эффекта Бормана) в случае если длине волны ультразвука, стремится к глубине экстинкции. Особенности прохождения дифрагированной волны внутри палатки Бормана, когда выполняются условия рентгеноакустического резонанса ($\lambda_s = \tau$), приведены на **рис. 1.8а**. Из рисунка видно, что акустические колебания в том случае если совершаются с той же длиной волны, что и величина глубины экстинкции приводят к сильному возрастанию интенсивности дифракции в узкой угловой области в центре палатки Бормана, которое можно считать фокусировкой дифрагированного рентгеновского пучка с помощью рентгеноакустического резонанса. Наоборот, при несоблюдении этого условия равенства восстанавливается картина маятниковых осцилляций **рис. 1.8б**.

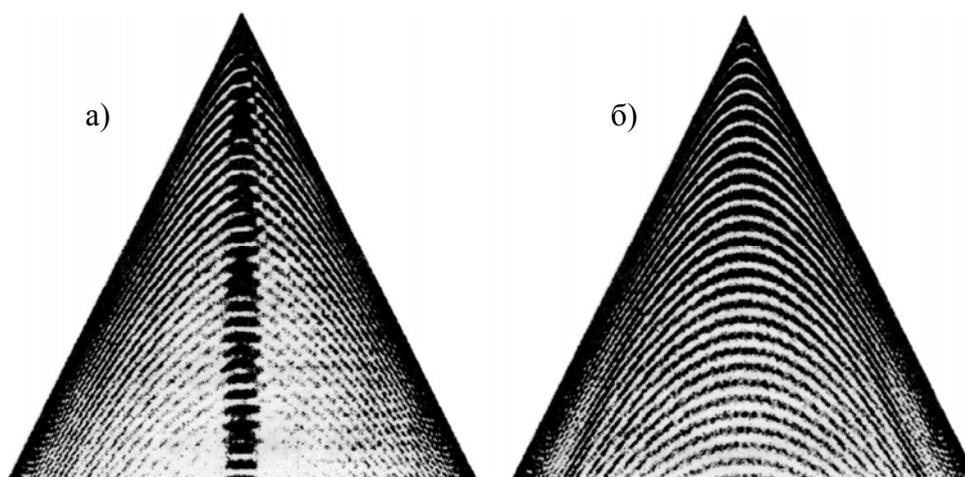


Рис. 1.8. *Пространственное распределение интенсивности дифрагированного излучения в треугольнике потока энергии в условиях, когда кристалл промодулирован ультразвуком разной частоты. Отражение кремний (220), излучение $AgK_{\alpha 1}$, σ – поляризация, экстинкционная длина $\tau = 46,94$ мкм.
 а) $W = 6,21 \cdot 10^{-3}$ нм, $\lambda_s = 46,95$ мкм, б) $W = 2,11 \cdot 10^{-3}$ нм, $\lambda_s = 23,47$ мкм. (W – амплитуда, λ_s – длина волны ультразвука).*

В коротковолновой области (область высокочастотного ультразвука) ультразвук создает сильные неоднородности, на которых пучок дополнительно рассеивается. При этом рентгеноакустические взаимодействия наблюдаются, как при распространении объемных волн в кристаллах, так и при рассеянии рентгеновского пучка на уже рассмотренных случаях ПАВ. Так, В работах [35-43] были проведены исследования дифракции рентгеновских пучков в брэгговской геометрии дифракции на кристаллах промодулированных ПАВ. При этом рентгеновским пучком локализуется большое число длин упругих волн. Это означает, что в кристалле образуется так называемая сверхрешетка, которая приводит к возникновению на дифракционной картине дополнительных максимумов - сателлитов (отражения рентгеновского пучка) и уменьшению отражения в главный пик [44]. Из теории дифракции следует, что интенсивности дифрагированного на сверхрешетке пучка зависят от мощности ультразвуковой упругой волны и определяются функцией Бесселя соответствующего порядка.

Проведение рентгенодифракционными методами исследований высокочастотных ПАВ осуществляется в Брэгговской геометрии. В случае, если ди-

фрагированный пучок детектируется с помощью фотопластинки, деформация кристаллической решетки характеризуется степенью чернения рентгеновской топограммы полученной от кристалла, в то же время связь между степенью почернения и деформацией в кристаллах имеет непростой характер. С увеличением амплитуды колебаний возрастает и степень чернения топограмм. При возбуждении ПАВ в кристалле, вызывает деформацию, представляющую собой результаты интерференции основных и побочных мод, гармоник и отражений кристалла, промодулированного ПАВ. А интенсивность дифрагированного луча позволяет получить данные о сложном состоянии кристаллической решетки при деформации. Топограммы, которые получены при дифракции рентгеновских лучей на кристаллах, промодулированных ПАВ, можно нормировать по вертикальной и горизонтальной координате, и исследовать, этим способом, распределения амплитуды и смещения, что обусловлено особенностями распространения ПАВ в кристаллических пластинах.

Исследование дифракции на ПАВ на рентгеновском дифрактометре впервые были проведены [45],[46] в двухкристальной схеме. Кристаллы ниобата лития модулировались ПАВ. Детектирование рентгеновского пучка производилось сцинтилляционным детектором с высокой скоростью отклика (наносекунды). Многощелевая маска, период щелей которой совпадал с периодом щелей по длине поверхностной акустической волны располагалась перед детектором. Полученный период модуляции интенсивности рассеянного рентгеновского пучка, измеренный детектором, соответствовал периоду акустической волны.

КДО, которые демонстрируют появление сателлитов и их эволюцию при изменении мощности ПАВ на кристалле, в случае если энергия перекачивается в более высокие порядки сателлитов приведены на **рис. 1.9**.

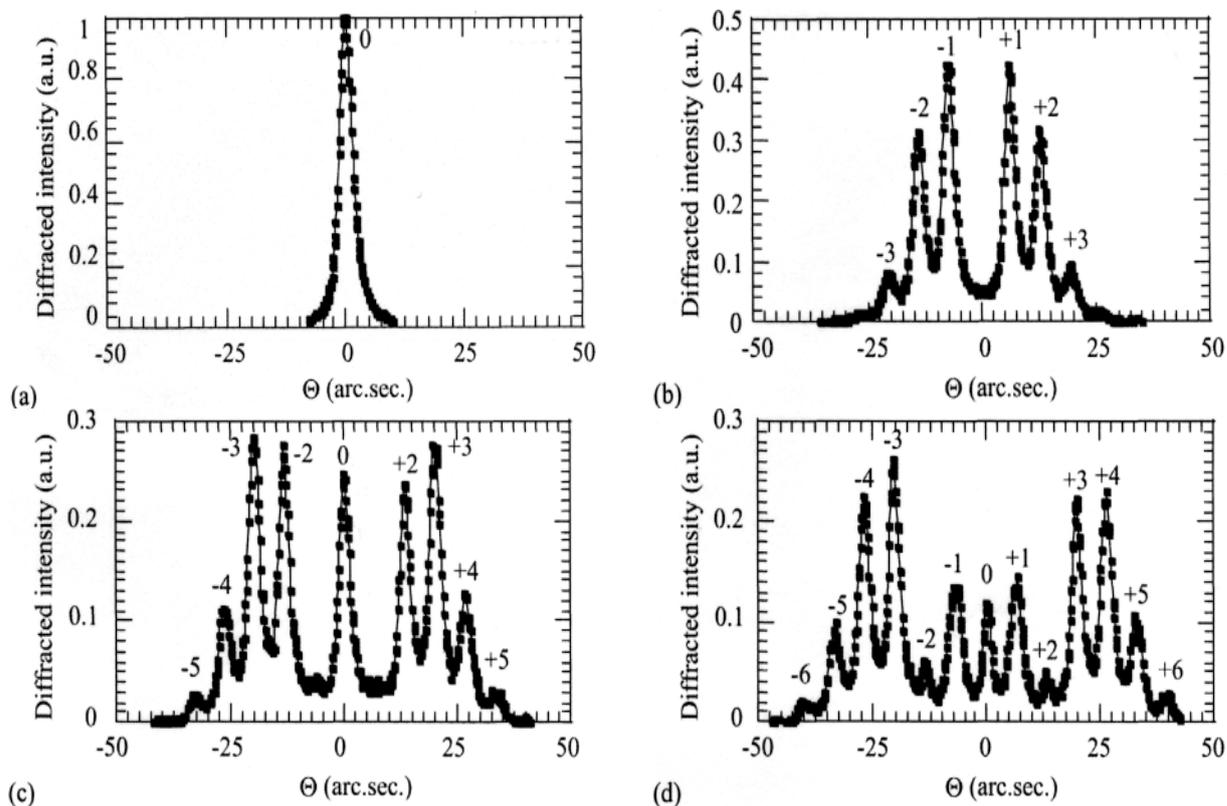


Рис.1.9. КДО отражение (110) кристалла LGS промодулированного ПАВ в зависимости от мощности ультразвука (a) $U=0\text{ V}$, (b) $U=8.5\text{ V}$, (c) $U=14\text{ V}$, (d) $U=18\text{ V}$; $\lambda = 12\mu\text{m}$, $E=11\text{ keV}$

Мощность ультразвуковой волны определяет интенсивность рентгеновского сателлита, а частота волны задает пространственное положение (угол дифракции на сверхрешетке).

Первые исследования рентгеноакустических взаимодействий в области низких и средних частот ультразвука, начавшиеся с 1931 года, до сегодняшнего дня в основном осуществлялись с использованием кварцевых пьезорезонаторов, в которых инициировалась одна из мод колебаний по толщине с частотой резонанса в диапазоне мегагерц и длинами упругих волн около 100 мкм. Особое внимание уделялось топографическому исследованию колебаний в таких резонаторах (плосковыпуклых, двояковыпуклых или плоских,).

Обзор результатов, полученных до 1945г. приведен в работе [47]. Дальнейшие работы показали, что вариация интенсивности может быть объяснена динамическими явлениями. Так, были получены настоящие изображения ультразвукового поля деформаций [48] пьезорезонаторов в геометрии дифракции по брэггу и установлено, что наивысшую отражающую способно-

стью имеют области, где расположены пучности стоячей волны смещений. Данный эффект напрямую связан с образованием градиентов деформаций.

Разработка и усовершенствование метода Ланга [49] способствовало проведению исследований в монокристаллах резонансных колебаний рентгенодифракционными методами. Развитие трансмиссионной топография колеблющихся кварцевых пластин было проведено в [50]. Результаты, полученные методом Ланга приведены в работе [51] там приводится обзор результатов, и представлена интерпретация на основе динамической теории дифракции рентгеновских пучков. Рентгеновские лучи дифрагированные кристаллом несут информацию о смещениях в приповерхностном слое, и внутри колеблющегося кристалла. Рентгеновское излучение обладает высокой чувствительностью дифракции к УЗ деформациям, что позволяет изучать рентгеноакустические взаимодействия в случае низких амплитуд ультразвука.

Кристаллическая пластинка, размеры которой соизмеримы, а грани не напряжены, картина колебательных движений будет весьма сложна. Вообще, обычно имеется бесконечный набор колебательных мод. В некоторых ориентациях пластинки колебания упрощаются, и важными оказываются одна - две моды, что чрезвычайно важно. Такие ориентации имеют специальные названия.

В работе [52] была исследована сдвиговая мода DT среза кварца рентгенодифракционными методами. Колебания возбуждались на частоте 230 кГц. Длина ультразвуковой волны составляла 16 мм. Рентгеновский пучок был ограничен в двух взаимно перпендикулярных плоскостях, причем дифракция происходила в небольшой части кристалла, где находится пучность деформации. В случае вертикального положении пластины УЗ колебания не оказывают влияния на интенсивность дифрагированного пучка. При довороте кристалла на 25° вокруг вектора дифракции эффект начинает происходить. Таким образом, была зарегистрирована зависимость интегральной интенсивности рентгеновского пучка, при разных мощностях ультразвуковой волны.

Она имеет характерные участки: при незначительных амплитудах колебаний - близкий к линейному участок, квадратичный и насыщение при высоких амплитудах. Похожие амплитудные зависимости могут быть встречены в работах, которые проводятся в брэгговской геометрии [53]. Запись топограмм в условиях сильных рентгеноакустических взаимодействий, несет информацию о распределении деформационных амплитуд. Так как интенсивность отраженного рентгеновского луча не зависит линейно от амплитуды колебаний, то измеренный профиль степени почернения топограммы близок к функции $|\text{Sin}(\pi y/Y)|$, где Y -длина кристаллической пластины, что позволяет записать зависимость амплитуды УЗ деформации в зависимости от координаты, по ширине пластинки y . Здесь стоит отметить, что результаты этих работ являются средними по всем периодам УЗ колебаний и значениям интенсивности дифрагированного рентгеновского пучка.

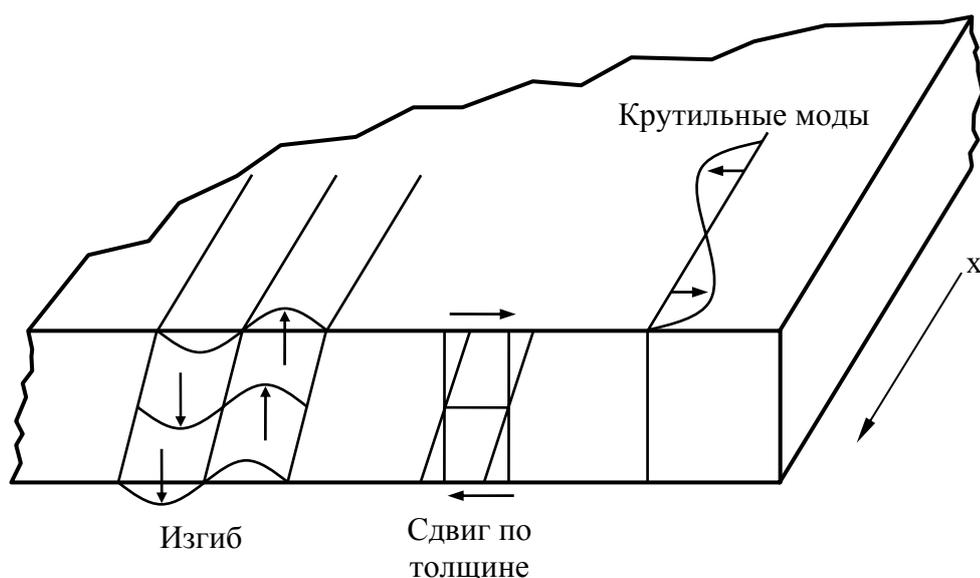


Рис. 1.10 Схематическое изображение смещений в случаях различных видов колебаний. Сдвига по толщине, кручения по толщине и изгиба

Высокая механическая добротность и малый температурный коэффициент частоты обуславливает интерес к АТ-срезу кварца [54] и кварцевые резонаторы этой ориентации широко применяются для создания различных устройств. В этом срезе (рис. 1.10) особый интерес имеет мода толщинного сдвига, которая сопровождается смещениями вдоль оси x . В работах [55],

[56] были рассмотрены типы колебаний, связанные со сдвиговой модой по толщине. Исследования, проведенные в данных работах, позволили с высокой точностью указать моды, обнаруженные экспериментально в пластинах АТ среза. В условиях механического резонанса смещения важен результат взаимодействия смещений всех допустимых типов колебаний. При определенных параметрах образцов, можно сделать преобладающими смещениями, те, которые вызваны осциллирующими перемещениями одного типа. Преобладающая мода может называться изгибной, если её смещение направлено по нормали к кристаллу, а сдвиговая мода возникает в случае поворота нормали к кристаллу. Детальное топографическое исследование колебаний сдвига по толщине (TS) и изгибу (F) приведены в работах [48] и [57], которые определяются длиной пластинки по оси x_1 , и модами кручения по толщине, определяемые размерами по оси x_3 . Возможности

1.3.3. Управление параметрами рентгеновского пучка с помощью рентгеноакустических взаимодействий

Настоящая же работа в основном относится к третьему, последнему направлению исследований – аналогу классической акустооптики [58]. Основная идея: использование особенностей рентгеноакустических взаимодействий для управления параметрами рентгеновского излучения с помощью ультразвука. Здесь долгое время основные усилия были направлены на реализацию модуляции интенсивности рентгеновского пучка с помощью поверхностных и объемных волн высокой частоты.

В работе [59] зафиксировано уширение КДО при возрастании амплитуды ультразвука. В данном эксперименте ультразвук возбуждался в направлении нормали к поверхности кристаллической пластинки, а измерения велись с помощью стробоскопической техники. В частности в данной работе отмечено, что такое уширение КДО позволяет осуществлять управление интенсивностью рентгеновского пучка.

При рассеянии рентгеновского излучения на многослойном зеркале, промодулированном ПАВ, удастся подобрать параметры таким образом, что в первый дифракционный порядок передается свыше 50% излучения. В работах [60],[61] на этом принципе было осуществлено управление интенсивностью дифрагированного рентгеновского пучка. Авторами была предложена и реализована схема, в которой на основе ПАВ создан аналог механического прерывателя рентгеновского пучка, который может работать с наносекундным откликом. С помощью ПАВ посредством аналогичной методики в работе [62] похожим способом была осуществлена передача бинарной информации с использованием рентгеновского диапазона длин волн. При этом высокая частота рентгеновского излучения позволяет осуществлять быструю передачу. Так, ПАВ может быть промодулирована видеоимпульсом. Очевидно, сателлит возникает в течение распространения упругой волны через засветку кристалла. Таким образом, рентгеновский сигнал сателлита приобретает характер импульса, что и было детектировано экспериментально. Таким образом, была осуществлена передача кодовой информации с использованием рентгеновского луча в качестве несущей волны.

В дальнейшем усилия ученых, развивающих данное направление, были направлены на создание на основе ПАВ фокусирующего рентгеноакустического дефлектора [63,]. В прототипах таких устройств формируется топология зонной пластинки Френеля, но уже с помощью ПАВ. Дифрагированный на ПАВ пучок должен оказаться сфокусированным в определенном порядке дифракции, для чего структура зон подбирается особым образом. Путем варьирования длины волны ПАВ, можно проводить сканирование в некотором угловом диапазоне с помощью сфокусированного рентгеновского излучения [64].

Кроме модуляции интенсивности посредством ПАВ, также некоторое развитие получили возможности по передаче информации посредством средних частот УЗ [65]. Так, авторам удалось передать звуковую информацию с

помощью двукратной модуляции резонатора кварца. Предложенные в данной работе резонатор кварца, способен эффективно колебаться в очень узкой полосе частот (<1 кГц), что дает возможность передать лишь небольшую по величине информацию. Звуковая информация может быть передана посредством модуляции рентгеновской волны с помощью экспериментальной схемы, которая представлена на **рис. 1.11**.

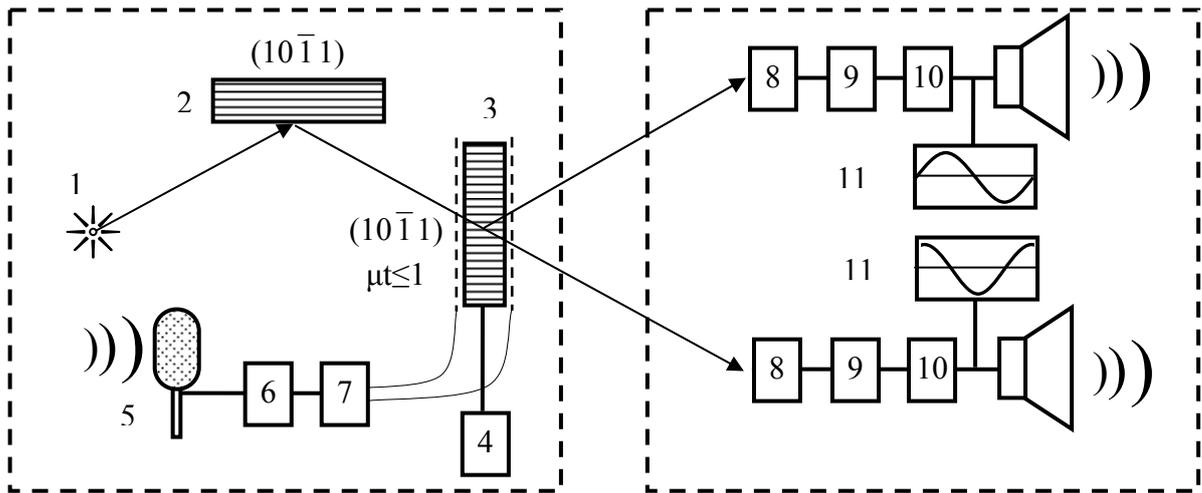


Рис. 1.11. Осуществление передачи звукового сигнала с помощью рентгеновского излучения. 1 – Рентгеновский источник, 2- кристалл-монокроматор, 3 – Модулирующий кристалл, 4 – гониометр, 5 – устройство записи, 6,7 – генераторы низкочастотный и высокочастотный, 8 – сцинтилляционный детектор, 9 - интегральная схема, 10 – усилитель, 11 – устройство отображения, 12 – устройство воспроизведения.

Усилиями М.В. Ковальчука и В. Л. Носика [66] впервые были теоретически показаны возможности управления не интенсивностью рентгеновского пучка с помощью высокочастотного УЗ, а возможности быстрой перестройки параметров рентгеновского пучка (фокусировки) посредством именно колебаний низкой частоты, что, по-видимому, вызывает наибольший интерес с точки зрения использования рентгеноакустических взаимодействий для разработки элементов рентгеновской оптики.

Исследование эффективности регистрирующей аппаратуры является одной из важных задач, поскольку с ее помощью фиксируются изменения отраженного пучка во времени. Безусловно, широко используется техника стробоскопической регистрации, когда кристалл колеблется с одним и той же

частотой, что и рентгеновский пучок синхротронного источника излучения (СИ). При этом дифракция импульсов СИ происходит при фиксированных деформациях кристаллической решетки. Если же существует фазовый сдвиг между рентгеновскими и акустическими волнами, то отражающие плоскости будут в другом положении, при этом и свойства отраженного пучка будут иными. Возможная прецизионность при проведении анализа временной структуры зависит от периода ультразвуковых колебаний и может варьироваться в широких пределах. Пространственное расположение точки фокусировки, наблюдаемое на **рис.1.12** может быть найдено из условия максимума интенсивности рентгеновской волны:

$$R_h = R(t) \frac{\cos^2 \Phi}{\sin \theta}; \quad \Phi = h_z w \cos \alpha t$$

где $R(t)$ – задает радиус кривизны отражающих плоскостей в фиксированное время t , θ - угол Брэгга, w – величина амплитуды смещения атомов из равновесного положения, ω - частота волны ультразвука, h_z – вектор дифракции.

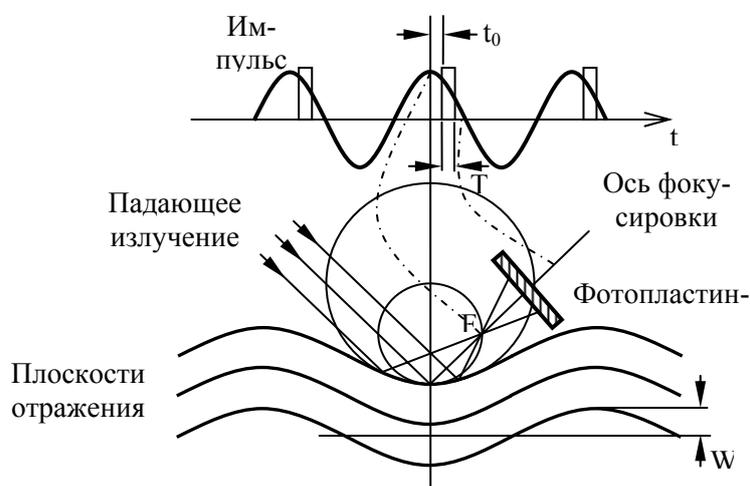


Рис. 1.12: Принципиальная схема, предложенная для использования колеблющегося кристалла в качестве фокусирующего объекта. F – фокус, t_0 – сдвиг пучка относительно акустической волны, w – амплитуда смещения атомов, $R(t)$ – радиус кривизны отражающих плоскостей в момент времени t .

Предположим, что направляемая рентгеновская волна имеет на поверхности кристалла вид:

$$\begin{aligned}
E_0 &= F(t)\exp(iqx); \\
F(t) &= \theta(t - t_0 + nP) - \theta[t - (t_0 + \tau + nP)]; \\
q &= \sin\theta_B(\theta - \theta_B);
\end{aligned}
\tag{1.7}$$

где τ - длительность импульса падающего пучка, t_0 - сдвиг по фазе рентгеновского пучка по отношению к ультразвуковой волне, n - соответствующий порядковый номер импульса, P - интервал времени между двумя последовательными импульсами, θ_B - угол Брэгга, для невозмущенного состояния кристалла.

На выходе из кристаллической пластины амплитуда дифрагированной волны пропорциональна фазовому множителю $\exp(ihu_z)$, в чем можно убедиться, если решить систему уравнений Такаги-Топенна, кроме того аналогичный результат можно получить в рамках кинематического приближения.

Для упрощения в случае рассмотрения ситуации вблизи пучности можно разложить акустическое волновое поле, тогда интересующий фазовый множитель приобретает следующий вид:

$$\exp(ihu_s) \cong \exp(i\Phi(t))\exp\left(\frac{-ihx^2}{R(t)}\right);
\tag{1.8}$$

в этом случае радиус кривизны будет иметь вид:

$$R(t) = \frac{2}{w\cos\omega_s t K_s^2}; \quad \Phi(t) = h_z w \cos\omega_s t
\tag{1.9}$$

За полпериода колебаний радиус кривизны будет изменяться от бесконечно высоких чисел до своего минимального значения:

$$R_{\min} = \frac{2}{wK_s^2};
\tag{1.10}$$

После чего должен стать отрицательным, что можно рассматривать, как расфокусирующую выпуклую поверхность. Подставляя полученное разложение (1.10) в начальную формулу Гюйгенса получаем:

$$E_h(r_p) = F(t) f^{l,B} \exp(i\Phi(t)) \frac{\exp(ikR_h)}{R_h} I; \quad (1.11)$$

В таком случае интенсивность поля отраженной волны в некоторой точке r_p принимает вид:

$$I_h(r_p, t) = |f^{l,B}|^2 \frac{F(t)}{R_h(a - h/R(t))}; \quad (1.12)$$

Положение искомой точки фокуса будет определяться положением точки с максимальной величиной интенсивности отраженной волны:

$$R_h = R(t) \frac{\cos^2(\Phi_h)}{\sin \theta}; \quad (1.13)$$

Если теперь рассмотреть вновь проблему анализа дифракции пучков СИ, то длительность импульса будет пренебрежимо мала по сравнению с периодом ультразвукового колебаний. В этом случае, функцию $F(t)$ допустимо принять за дельта-функцию и интенсивность станет носить прямопропорциональной:

$$I_h(r_p, t) = \frac{|f^{l,B}|^2}{R_h[a - h/R(t_0 + nP)]}; \quad (1.14)$$

Результатом таких расчетов можно считать то, что если на кристалл промодулированный ультразвуком направляется рентгеновский импульс с заданной разницей фаз $(t_0 + nP)$, он будет сфокусирован в строго определенное угловое положение $R(t_0 + nP)$. Последующее рассмотрение показывает, что данное положение строго зависит от соотношения между периодом ультразвукового колебания T и временным промежутком P между двумя импульсами СИ. Пусть за один период колебания на кристалл попадает N импульсов с источника СИ, каждый из которых в соответствии с расчетами будет сфокусирован на своем расстоянии $R(t_0 + nP)$. Поместив одномерный детектор (либо детектирующую пластинку) перпендикулярно ожидаемой оси фокусировки на заданном расстоянии (**рис.1.12**), можно подобрать такие параметры, что все импульсы кроме одного будут расфокусированы. В то же время этот один им-

пульс будет сфокусирован. Важно отметить, что на детектирующей пластинке каждый импульс будет направлен в строго определенное угловое положение. Таким образом, установлено, что с использованием промодулированного ультразвуком кристалла можно перенести временные структуры импульсов в пространственные. Путем фиксирования желаемого сдвига по времени между ультразвуковой волной и рентгеновским сигналом t_0 можно производить исследования временной структуры сигнала, направляемого на кристалл.

Развитие методов литографии и томографии являются одними из перспективных применений данного эффекта. Вместо механического перемещения образца в постоянном излучении, с использованием предлагаемой техники можно менять свойства самого пучка, возбуждая различные ультразвуковые колебания в модулированном кристалле. К сожалению, до сих пор подобная методика еще не реализована. Однако, показанные возможности пробудили интерес у ученых к дальнейшему развитию управления рентгеновским пучком посредством низкочастотного ультразвука.

Данное направление получило развитие в работах, проводимых в Институте Кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН под руководством М.В. Ковальчука, Ю.В.Писаревского и А.Е.Благова. Так в работе [67] показано, что в монокристаллах возможно создание регулярных деформаций, при этом наиболее эффективным является возбуждение колебаний на резонансной частоте, когда в кристалле создается упругая стоячая волна растяжения-сжатия. При этом параметры рентгенооптической схемы и параметры резонатора подбираются таким образом, что пучком засвечивалась область однородной или градиентной деформации (**рис.1.13**).

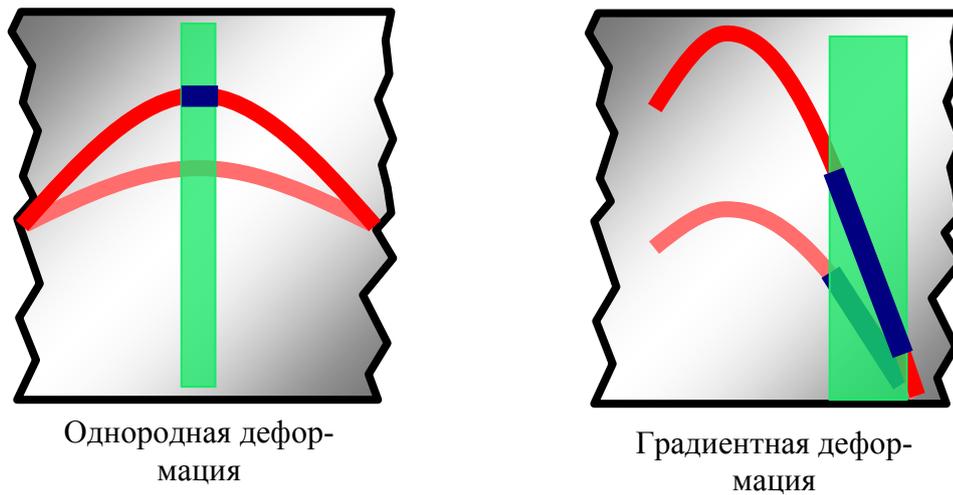


Рис.1.13 Возможные распределение амплитуды деформации в случае длинноволнового ультразвука

Авторами предложен и реализован способ создания ультразвуковых деформаций с помощью специальных элементов – составных резонаторов. Данные элементы состоят из двух частей – кристалла преобразователя (КП), например, кварца и рентгенооптического кристалла (РК), например, кремния. С помощью генератора синусоидальных сигналов в КП возбуждалась стоячая волна, которая передавалась в РК, при этом параметры кристаллов выбирались исходя из условия совпадения собственных частот компонент. Данное условие выполняется если отношение длин КП и РК обратно пропорциональны отношению скоростей распространения ультразвуковых колебаний в направлениях тех же длин кристаллов $l_{ук}/l_{кп} = V_{кп}/V_{ук}$. Показано, что для достижения колебаний с высокой степенью добротности требуется, чтобы длины кристалла по вертикали были практически постоянными, что накладывает особые условия на обработку боковых торцев.

Экспериментальные исследования данных резонаторов, проведенные в работах [1,4] показали, что под воздействием продольных ультразвуковых колебаний атомы кристаллической решетки периодически смещаются вдоль направления нормали РК, что вызывает изменение условий дифракции рентгеновских лучей на атомных плоскостях кристаллической структуры, что, в свою очередь, приводит к уширению кривой качания, причем, с увеличением амплитуды подаваемого ультразвука увеличивается полуширина КДО.

Было определено, что уширение КДО происходит вследствие периодического изменения параметра кристаллической решетки, из-за ультразвукового колебательного движения атомов кристаллической решетки около своего равновесного положения. Обозначив за d_r - параметр кристаллической решетки в случае максимального растяжения, а d_s параметр кристаллической решетки в случае максимального сжатия и соответственно d_0 как параметр решетки для случая невозбужденного кристалла, можно заключить, что если на такой кристалл направляется монохроматичная волна рентгеновского диапазона с некоторой угловой расходимостью, то для каждого из этих значений межплоскостных найдутся различные углы Брэгга- θ_r , θ_0 , θ_s . Таким образом, в случае измерения традиционной КДО в каждой точке кристалл переходит из фазы сжатия в фазу растяжения и обратно многократно. Следовательно, для каждой точки на кривой будет наблюдаться спектр параметра кристаллической решетки в диапазоне от d_s до d_r и рассеяние рентгеновского пучка в соответствующий диапазон брэгговских углов. Если же угловое положение кристалла θ_t находится между θ_r и θ_s , что означает $\theta_r < \theta_t < \theta_s$, то совершенно ясно, что в определенной фазе колебания выполнится условие Вульфа-Брэгга: $\sin \theta_t = \lambda/2d_t$, и дифрагированный пучок может быть зафиксирован с помощью детектора. Таким образом, можно сказать, что дифракция от такого кристалла будет иметь место в некотором угловом диапазоне $\theta_r < \theta_0 < \theta_s$, а полуширина кривой дифракционного отражения ω_{us} увеличится на $\theta_s - \theta_r$ и будет составлять примерно $\omega_{us} \sim \theta_s - \theta_r + \omega_0$, где ω_0 – полуширина невозбужденного кристалла. Таким образом, по полуширине кривой дифракционного отражения, зарегистрированной в условиях возбуждения резонаторов на резонансной частоте можно судить о степени деформированности кристаллической структуры на данном участке кристалла. Чем больше наблюдаемая полуширина КДО, тем больше деформация на данном участке. Эволюция полуширины КДО при перемещении положения рентгеновского пучка по кристаллу, дает информацию о распределении деформации по длине образца [68].

В случае проведения экспериментов с использованием стробоскопической схемы регистрации дифрагированного рентгеновского пучка, когда есть возможность «замораживать» кристалл в определенных фазах колебания, было показано, что КДО измеренные в фазах максимального растяжения и сжатия имеют практически идеальную форму, а их полуширина соответствует полуширине невозбужденного кристалла.

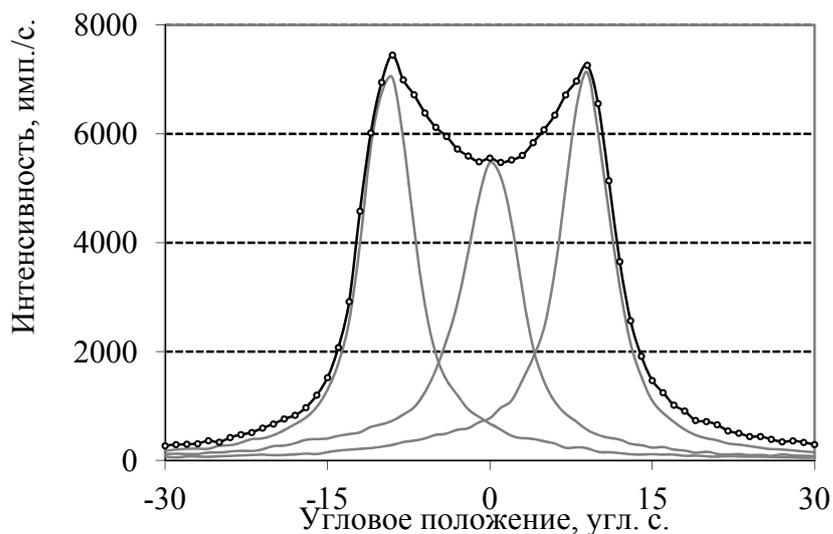


Рис. 1.14. КДО кристалла кремния, в случае регистрации интенсивности интегрально по времени при включенном ультразвуке и ее составляющие, измеренные в фазах максимального растяжения и сжатия кристаллической решетки

При этом максимальные значения смещены по углу относительно равновесного положения. Другими словами были показаны возможности управления дифрагированным рентгеновским пучком посредством ультразвуковой модуляции параметра рентгеновского пучка. Причем подобная модуляция может быть использована для модуляции интенсивности, а также для управления пространственным положением рентгеновских пучков

Данные возможности были показаны для случая, когда амплитуда деформации линейно зависит от амплитуды внешнего электрического поля, и соблюдается условие однородности колебаний. Однако, не менее интересная задача — исследование дефектной структуры кристаллов в условиях выходящих за рамки линейного приближения. Для проведения таких исследований

требуется анализ влияния ультразвукового воздействия на структуру кристалла.

1.4. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИСЛОКАЦИОННУЮ СТРУКТУРУ КРИСТАЛЛА.

1.4.1. Особенности поведения кристаллической структуры при больших ультразвуковых амплитудах

Изучение дефектной структуры кристаллов в условиях сильных вибрационных нагрузок представляют большой интерес. С точки зрения техники изучение поведения кристаллов при высоких амплитудах колебаний помогает, например, сделать прогноз на механическую стойкость микросхем. В то же время с научной точки зрения, исследование явлений, происходящих при ультразвуковой нагрузке кристалла, вызывает большой интерес, поскольку при этом обнаружено большое количество интересных явлений. Таких как, например, амплитудозависимое внутреннее трение, акустопластический эффект, самоорганизация дислокаций и многие другие. Кроме того, выявлено влияние ультразвуковой нагрузки на процессы образования кристаллов и магнитопластический эффект.

Согласно теории упругости твердых тел связь между амплитудой внешнего воздействия и амплитудой деформации может быть проиллюстрирована с помощью классической диаграммы растяжения (**Рис.1.15.**).

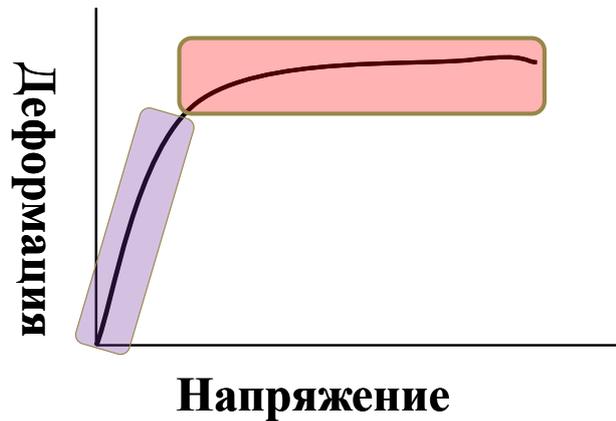


Рис.1.15. Схематическое изображение классической диаграммы растяжения. Фиолетовая область - закон Гука выполняется (деформация пропорциональна напряжению). При отключении УЗ кристалл возвращается в исходное состояние. Красная область - нелинейные деформации (деформация непропорциональна напряжению). При отключении УЗ могут наблюдаться остаточные явления

При этом условно можно выделить два участка. На первом участке амплитуда деформации линейно зависит от амплитуды воздействия, на втором наблюдаются нелинейные эффекты. При этом вид кривой на втором этапе в зависимости от материала образца может существенно различаться.

Для кристаллов переход в нелинейную область характеризуется возникновением необратимых дефектов кристаллической структуры, их перемещением и размножением.

В кристаллах, содержащих структурные дефекты, существуют внутренние неоднородные поля напряжений. Многочисленные эксперименты, выполненные на кристаллах с различными типами связи, показали, что ультразвук может инициировать перераспределение дефектов в этих полях, а системы структурных дефектов, сформированные при действии ультразвука, не создают в кристаллах дальнедействующих полей напряжений [69].

1.4.2. Методы исследования дефектной структуры кристаллов в условиях больших ультразвуковых амплитуд

Для наблюдения за дефектной структурой кристаллов в условиях больших амплитуд ультразвука требуются соответствующие методы исследований. Здесь стоит отметить, что традиционными методами исследований, применяющимися в настоящий момент, являются подходы, основанные на статических измерениях «до» и «после» ультразвукового воздействия, при

этом могут наблюдаться только остаточные явления. К таким методам относятся, в частности, метод избирательного химического травления [70], где с помощью специально подобранных для каждого образца травителей происходит выявление тонкой структуры кристаллов, разнообразных дефектов, дислокаций, которые впоследствии могут быть исследованы с помощью микроскопа. При этом сравнение двух изображений позволяет оценить степень воздействия ультразвука на кристалл. Исследование кристаллов с помощью электронной микроскопии [71] позволяет проводить более подробный локальный анализ. Однако, с другой стороны такая высокая локальность затрудняет исследование общих закономерностей дефектообразования в кристаллах. Кроме того, необходимость тщательной подготовки образцов для исследования на электронном микроскопе может приводить к внесению нарушений не связанных с ультразвуком.

Таким образом, в основном исследовались необратимые эффекты, в то время как зарегистрировать изменения, которые исчезают после прекращения ультразвукового воздействия, практически невозможно.

К динамическим подходам можно отнести методы двухкомпонентного резонансного осциллятора [72,73] и поляризационно-оптический [74]. Первый метод основан на использовании составного резонатора для наблюдения за изменением образцов по вольт-амперным характеристикам. Создаваемая стоячая акустическая волна позволяет весьма точно контролировать амплитуду ультразвука, что позволяет проводить исследования от области, когда практически не происходит необратимых изменений в системе структурных дефектов, до значений, при которых происходит интенсивное размножение дислокаций. Первоначально метод был развит для исследования упругих, затем и вязко-упругих свойств твердых тел [75-78]. К недостаткам данного метода можно отнести косвенность получаемых данных и необходимость привлечения дополнительных независимых подходов к исследованию. Тем не менее, данный метод получил широкое распространение для решения при-

кладных научно-технических задач и с успехом применяется в материаловедении [79,80].

Применение поляризационно-оптического метода исследования напряженных состояний основано на свойстве оптически-прозрачных материалов становиться двулучепреломляющими под действием механических напряжений. При этом выделяют две разновидности метода: более распространенный метод фотоупругости [74] и менее развитый, но тоже широко известный метод фотопластичности [81]. Однако исследование непосредственно пластических эффектов затруднено, как правило, исследуется упругий процесс, сопровождающий пластическую деформацию. С использованием данного метода обнаружены ряд интересных явлений: так, обнаружено, что в процессе пластической деформации кристалл может упрочниться, а после снятия внешней нагрузки внутренние напряжения перераспределяются и частично снимаются. По интерференционной картине остаточных напряжений можно судить о пластических эффектах. Например, в кристаллах типа NaCl наблюдались полосы двойного лучепреломления, которые совпадали с рельефом кристалла, выявленном при травлении, что позволило сделать вывод о наличии задержанных дислокаций [82,83].

Использование поляризационно-оптического метода для исследования динамики напряженного состояния, часто требует использования сложной экспериментальной техники. Кроме того, использование для оптическине-прозрачных материалов – невозможно. Однако данный метод также нашел широкое применение. В работе [84] предложен качественный контроль за распределением амплитуды механических напряжений при ультразвуковой нагрузке 10^5 Гц, а в работе [85] количественный анализ при высокочастотной вибрации.

Рентгенодифракционные методики, позволяющие проводить локальные исследования с субатомным разрешением, практически не применялись для динамического контроля, в связи с низким временным разрешением. При этом ряд возможных эффектов и параметров могли остаться неизученными,

так как информация о процессах, происходящих между началом и окончанием ультразвукового воздействия, а также релаксации кристаллической решетки после ультразвукового воздействия данными методами получить практически невозможно, из-за необходимости проведения дополнительных подготовительных работ или низкого временного разрешения.

Таким образом, использование рентгеновских методов до настоящего времени в основном носило статический характер. Так, в работе [86] методом двукристалльной рентгеновской дифрактометрии показано, что в монокристаллах алюминия, которые были выращены в присутствии ультразвукового поля, наблюдается значительное увеличение разориентировок субзерен в сравнении с монокристаллами, которые были выращены без воздействия ультразвуковых колебаний. Авторы работы [87] в результате анализа результатов исследования и условий эксперимента, пришли к такому выводу: данный эффект возникает при действии ультразвука на закристаллизовавшуюся фазу. Также в работе [86] тем же методом было проведено исследование влияния ультразвукового воздействия различной интенсивности на структуру дислокаций монокристаллов алюминия в зависимости от температуры и амплитуды. Было показано, что достаточно низкая интенсивность ультразвука вызывает увеличение полуширины КДО, что можно объяснить увеличением плотности дислокаций в исследуемых кристаллах. При увеличении интенсивности ультразвука на КДО появляются дополнительные, не разрешающиеся до уровня фона, максимумы дифрагированных рентгеновских лучей, что было объяснено появлением слаборазориентированных фрагментов внутри кристалла, который используется для дифракции рентгеновских лучей. Ультразвуковая обработка, проведенная при высоких температурах, вызывает появление на КДО отдельностоящих пиков, разделяющихся до уровня фона и отделении их друг от друга определенным интервалом углов, что объясняется появлением существенно разориентированных фрагментов монокристалла. Схожие результаты наблюдались при экспериментах с монокристаллами меди [88,89].

Обнаруженные эффекты появления дополнительных дифракционных пиков и размытия КДО ставят вопрос об определении и исследованию элементов структуры, которые могли бы вызвать эти явления. Ответ на этот вопрос частично дается в работах [90-92]. Так в частности, методом избирательного химического травления было установлено, что ультразвуковое воздействие при повышенных температурах вызывает формирование новых скоплений дислокаций в плоскостях скольжений, которые параллельны направлению распространения ультразвуковой волны в исследуемом кристалле. Более того, авторами в работах [90,91] наблюдалось расщепление при ультразвуковом воздействии старых (сформировавшихся еще при выращивании) субграниц.

В работе [91] проведены исследования ультразвукового воздействия на структуру дислокаций алюминиевых монокристаллов при температурах близких к комнатной, где метод избирательного травления не применим в связи с тем, что при такой температуре дислокации незаметны ввиду наличия примесей. При этом на экспериментальных топограммах монокристаллов, находящихся под действием ультразвука, был обнаружен особый вид контраст - полосчатый, который обусловлен сформировавшимся при ультразвуковой обработке рядом больших скоплений дислокаций, которые параллельны направлению распространения ультразвуковых волн в кристалле-образце.

С использованием метода электронной микроскопии в работах [90,91] были обнаружены дислокационные диполи и ячеистая структура дислокаций в образцах поликристаллического алюминия, который находился какое-то время под ультразвуковым воздействием.

Кроме того, там же выявлено, что при ультразвуковом воздействии на поликристаллический алюминий, наряду с дислокационными скоплениями и клубками, возникает большое количество призматических петель дислокаций, которые возникают, как правило, при замещении избыточной вакансии. Что говорит о том, что в зависимости от начального состояния вещества и условий ультразвукового воздействия (интенсивность, длительность, темпе-

ратура) в образце формируется собственная дефектная структура, в которой представлены такие элементы, как клубковая и ячеистая дислокационные структуры, а также дислокационные диполи, которые были расщепленные по субграницам, ориентированным дислокационными скоплениями, призматическими петлями дислокаций. Авторами делается предположение, что набор этих элементов в различных пропорциях в материале и что данный факт является первопричиной наблюдаемого разнообразия кривых отражения, которое на самом деле обнаружено в эксперименте. Рентгеновские методики исследования дефектной структуры кристаллов базируются на хорошо развитых методах, которые позволяют относительно оперативно получать информацию о распределении интенсивности рассеяния рентгеновских лучей на дифрактограммах и рентгенограммах и их различных особенностях. Для получения обширной информации о статистических параметрах дислокационной структуры требуется проведение исследования распределения интенсивности уширенных брэгговских отражений рассеянных рентгеновских лучей, которые получены от деформированных кристаллов.

Методы рентгеновской топографии хотя и применялись для исследования колеблющихся кристаллов [93], однако исследовались в основном распределения стоячих волн в резонаторах.

Рентгенодифракционные измерения, проведенные в работе [94] позволили исследовать дислокационную структуру, формирующихся в монокристаллах алюминия при ультразвуковом воздействии при разных температурах и обработать их с помощью численного анализа азимутального распределения интенсивности дифрагированных рентгеновских квантов. Монокристаллы алюминия высокой степени чистотой (99,99%), выращенные методом Бриджмена, являлись объектом исследования. Рентгеновские исследования субструктуры данных монокристаллов проводились с использованием метода двойного кристалл-спектрометра с помощью спектральной линии $\text{CuK}_{\alpha 1}$. Монокристалл германия использовался в качестве монохроматора. Ультразвуковые колебания возбуждались с помощью магнитострикционного вибра-

тора с собственной частотой 22 кГц. Ламповый генератор мощностью 2,5 кВт применялся для возбуждения данного вибратора. В результате этих экспериментов установлено, что сложность профилей однопиковых КДО монокристаллов алюминия в начальном состоянии (непосредственно после выращивания) является прямым следствием перераспределения и суммирования относительно простых распределений (по Гауссу или Лоренцу) интенсивности рассеянных рентгеновских пучков несколькими слабо разориентированными кристаллическими блоками из дифрагирующего объема, независимо отражающими рентгеновский луч.

Воздействие ультразвукового поля с относительной амплитудой деформации примерно $5 \cdot 10^{-4}$ в заданном температурном интервале от 50 до 500°C приводит к возрастанию разориентации между соседними блоками, что проявляется в появлении многопиковости КДО и увеличении интегральной ширины, что можно объяснить увеличением плотности дислокаций в пределах тех блоков, где диссипация энергии акустической волны происходит наиболее активно. С использованием методов математической обработки КДО, которые были предложены в работе [95], есть возможность определить количество блоков, которые непосредственно участвуют в дифракции рентгеновских лучей, а также вид распределения (по Гауссу или Лоренцу) разориентировок этих блоков.

1.5. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1.

Анализ рассмотренных выше литературных данных показывает, что одним из наиболее эффективных способов управления рентгеновским пучком является рентгеновская оптика основанная на дифракционных явлениях. При этом изменение параметров рентгеновского пучка связано с механическим перемещением элементов рентгенооптической схемы, что накладывает существенные ограничения на быстродействие такой аппаратуры. Альтернативой механическому повороту может стать непосредственное влияние на межплоскостное расстояние кристаллической решетки с помощью ультразвука.

При этом развитие данного направления до последнего времени, в основном сводилось к управлению лишь несколькими параметрами рентгеновского пучка (модуляция интенсивности) в основном в области высоких и средних частот ультразвуковых колебаний. В то же время представляющая не меньший интерес, с точки зрения использования в качестве управляющих немеханических элементов рентгенооптической схемы, случай низкочастотного ультразвука, при котором получаемая картина распределения волнового поля чрезвычайно близка к наблюдаемым картинам в случае в упруго изогнутых и градиентных кристаллов оставалась практически неиспользуемой. И до настоящего момента здесь были показаны только возможности, по управлению рентгеновским пучком.

Использование ультразвука для управления параметрами рентгеновского пучка требует анализа особенностей рентгеноакустических взаимодействий. Кроме того, в обзоре отмечены общеизвестные закономерности поведения дефектной структуры кристаллических материалов в условиях больших амплитуд ультразвука. Согласно теории упругости твердых тел в кристалле амплитуда деформации, в первом приближении, линейно зависит от силы внешнего воздействия до определенной границы. Переход этой границы характеризуется возникновением дефектов кристаллической структуры, их перемещением и размножением, также могут проявляться пластические, нелинейные эффекты.

Для наблюдения за дефектной структурой кристаллов в условиях больших амплитуд ультразвука до сих пор в основном используются традиционные методы исследований, основанные на статических измерениях «до» и «после» ультразвукового воздействия, при этом могут наблюдаться только остаточные явления.

ГЛАВА II. РАЗРАБОТКА НОВОГО МЕТОДА РЕГИСТРАЦИИ КРИВЫХ ДИФРАКЦИОННОГО ОТРАЖЕНИЯ (КДО) С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ

2.1. ОПИСАНИЕ МЕТОДИКИ РЕГИСТРАЦИИ КДО

Как следует из работ М.В. Ковальчука, Ю.В. Писаревского и А.Е. Благова низкочастотный ультразвук потенциально является эффективным средством по управлению параметрами рентгеновского пучка. Применение показанной ранее возможности управления пространственно-временными параметрами рентгеновского пучка на практике потребовало существенного развития предложенных ранее методов и подходов. Во второй главе описано развитие аппаратно-методического комплекса необходимого для решения поставленных задач.

Как описано в первой главе одними из наиболее эффективных, точных и удобных подходов к управлению рентгеновским пучком являются методы, основанные на дифракции рентгеновских лучей. Для реализации таких подходов традиционно используются кристаллические элементы. Управление экспериментом сводится к изменению условий дифракции, которое связано с механическим перемещением рентгенооптических элементов, что делает практически невозможным быстрые изменение параметров рентгеновского пучка.

Кроме того, одной из актуальных задач остается исследование самих кристаллических материалов. Традиционно для этого применяются методы рентгеновской дифрактометрии, в частности регистрация КДО. Параметры, получаемые в таких экспериментах: форма, полуширина и интенсивность дифракционного пика являются паспортными характеристиками кристалла. Экспериментальной основой для таких исследований начиная с 1920-х годов служит рентгеновский двухкристалльный дифрактометр, в котором регистрация кривой качания происходит при небольших отклонениях от точного брэгговского положения.

Таким образом, интерес в первую очередь был связан с реализацией принципиально новой экспериментальной схемы, в которой нет необходимости в механических поворотах элементов, а следовательно использовании сложных гониометрических систем.

В ранее проводимых работах [1] было показано, что с помощью ультразвука можно эффективно изменять межплоскостное расстояние, что вызывает уширение КДО. Причем, величина этого уширения зависит от деформации решетки и определяет диапазон углового сканирования. На основе ультразвуковой модуляции межплоскостного расстояния разработан метод измерения КДО, описанный в работе [96]. На **Рис. 2.1** представлен расчетный контур кривой дифракционного отражения с включенным ультразвуком при интегральной схеме регистрации (жирная кривая) и образующие компоненты кривых дифракционного отражения при нескольких фазах периода ультразвука.

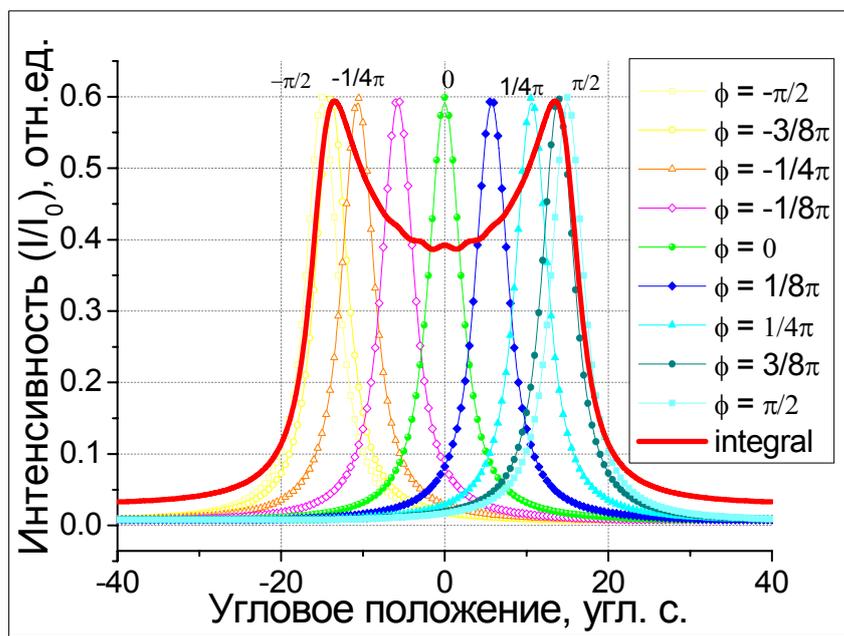


Рис. 2.1. Интегральная КДО записанная традиционным способом с помощью поворота кристалла при включенном ультразвуке (жирная кривая), и «мгновенные» стробоскопические кривые качания для нескольких характерных значений фаз периода ультразвукового колебания. Расстояние между пиками кривых измеренных в фазах $-\pi/2$ и $\pi/2$ определяет диапазон углового сканирования при данной амплитуде ультразвука.

Эти кривые могут быть зарегистрированы экспериментально традиционным способом (т.е. поворотом кристалла) в режиме стробоскопической регистрации рентгеновского пучка. В этом случае колеблющийся кристалл можно рассматривать как статический объект с фиксированной деформацией. При этом смещение центра кривой в сторону меньших углов соответствует фазам деформации растяжения и соответственно сдвиг центра кривой в сторону больших углов соответствует деформациям сжатия.

Методика регистрации времяразрешенных КДО состоит в следующем: каждое мгновенное значение фазы колебания кристалла соответствует параметру кристаллической решетки, а также, различным углам Брэгга, при которых возникает максимум интенсивности дифракции. В случае установки невозбужденного кристалла в точное брэгговское положение и возбуждении в нем длинноволнового ультразвука, интенсивность регистрируемого рентгеновского пучка будет наибольшей в невозмущенной фазе. В любой другой фазе, параметр кристаллической решетки будет другим, и максимум интенсивности будет фиксироваться на другом угле. Следовательно, зафиксировав углы установки кристаллов в точном брэгговском положении для случая невозбужденного кристалла и регистрируя интенсивность дифракции в зависимости от фазы ультразвукового колебания можно регистрировать КДО.

Реализация предлагаемого метода регистрации КДО возможна двумя путями. С использованием специального стробоскопического тракта, который позволяет регистрировать интенсивность рассеяния только в строго определенный момент колебания, после чего временное окно перемещается, либо с помощью специального блока анализатора стоячей акустической волны, который по поданному синхроимпульсу позволяет определить период ультразвукового колебания и разделить его на максимальное количество независимых каналов счета, тем самым позволяя распределять интегральную интенсивность дифрагированного исследуемым кристаллом и рентгеноакустическим элементом рентгеновского пучка по каналам, в зависимости от фазы колебаний анализатора (рис. 2.2). И в том и в другом случае, измеряется

интенсивность дифракции при монотонном изменении межплоскостного расстояния d анализатора, при сохранении углов поворота кристаллов постоянными.

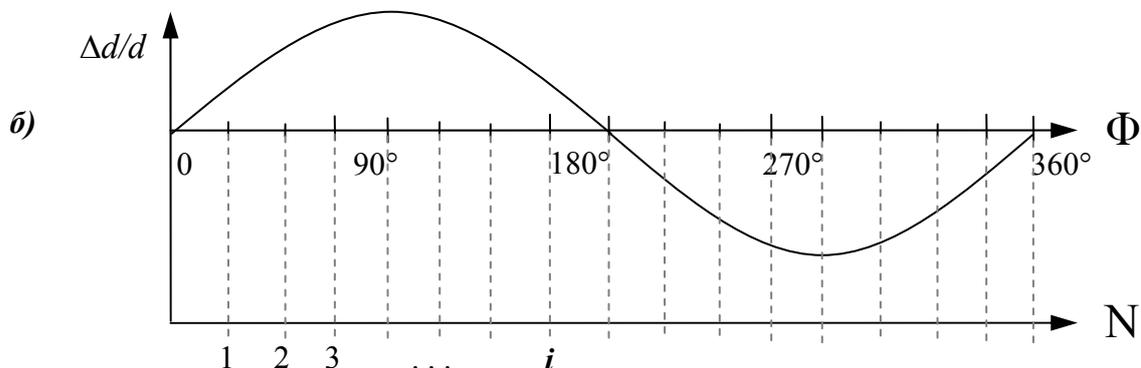


Рис. 2.2. – Временное распределение амплитуды деформаций параметра решетки ($\Delta d/d$) в шкале фазовой развертки (Φ) за полный период (360°) ультразвуковых колебаний рентгеноакустического элемента. Показано разбиение фазовой шкалы (периода колебаний) по каналам (N) системы анализатора АСВ.

Таким образом, электронная перестройка фазы ультразвуковых колебаний заменит механический поворот кристалла, что иллюстрирует диаграмма Дю-Монда, представленная на **Рис. 2.3(a)**.

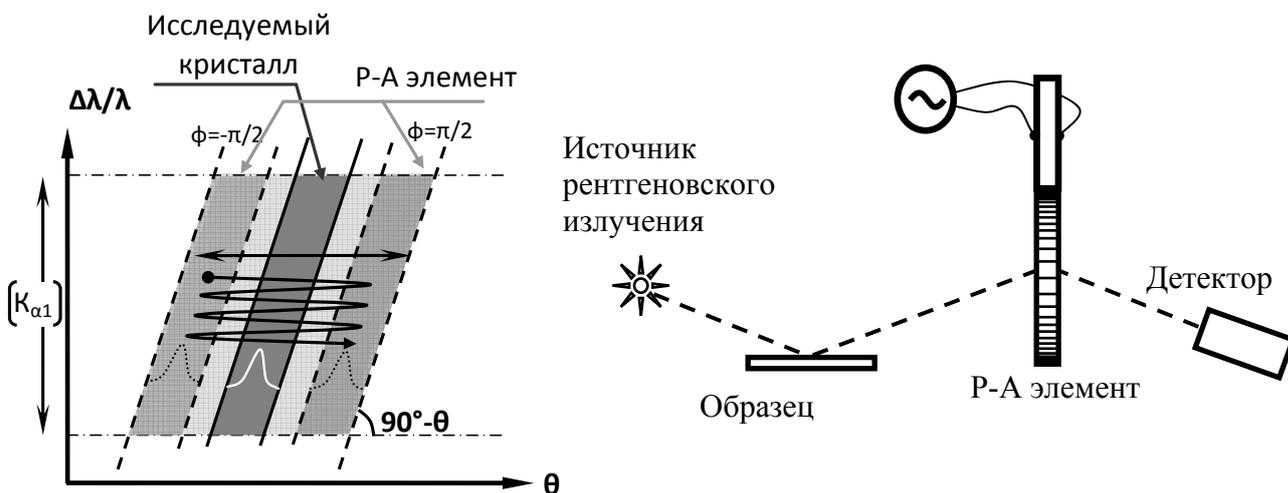


Рис.2.3 Диаграмма Дю-Монда (а), иллюстрирующая работу рентгеноакустического элемента, соответствующая двухкристальной схеме (б), демонстрирующая возможность проведения сканирования с помощью рентгеноакустического элемента

Из диаграммы видно, что рентгеноакустический элемент позволяет просканировать всю область отражения кристалла, применяемого в качестве образца. Следовательно, для регистрации КДО с помощью рентгеноакустического резонатора в эксперименте необходимо измерить интенсивность дифрагированного пучка в зависимости от фазы ультразвуковых колебаний вблизи точного брэгговского положения. Стоит отметить, что при таком способе записи КДО кристаллы остаются неподвижными в течение всего эксперимента, поскольку при выключении системы стробоскопической регистрации интенсивность дифрагированного пучка будет постоянной. Следовательно, запись кривой качания с помощью кристаллов подвергнутых длинноволновому возмущению, осуществляется за счет возможностей регистрирующей аппаратуры.

2.2. МЕТОДИКА ПЕРЕСЧЕТА ФАЗОВОЙ РАЗВЕРТКИ КДО В УГЛОВЫЕ СЕКУНДЫ

Таким образом, КДО могли быть записаны как зависимость интенсивности от фазы ультразвукового колебания. Однако, такое представление результатов не всегда удобно для сопоставления с результатами, полученными традиционным методом.

Пересчет фазы колебания в угловые координаты проводился с помощью предварительной калибровки рентгеноакустических резонаторов. Для этого в интегральном режиме измерялось уширение КДО колеблющегося кристалла в зависимости от амплитуды ультразвука (рис. 2.1.), представляющее собой диапазон углового сканирования (масштаб шкалы абсцисс в угловых координатах). При этом угловое положение пиков определяется брэгговскими углами дифракции в фазе максимального растяжения $-\pi/2$ и сжатия $\pi/2$, а полуширина кривой соответствует диапазону углового сканирования, достигаемого при данной мощности ультразвука при акустическом способе регистрации КДО.

Пересчет фазы колебания в угловые координаты осуществлялся с применением математической модели калибровки, позволяющей определить

значение величины единичной упругой деформации для данного образца на основе измерения максимальной деформации при определенных значениях мощности ультразвука. Исходя из условия, что фазе максимального сжатия соответствует максимальное отрицательное положение центра КДО, а фазе максимального сжатия – положительное значение, а также учитывая синусоидальный характер колебаний можно определить функцию для пересчета. После чего, каждому значению фазы деформации сопоставлялся соответствующий угол поворота. Таким образом, КДО перестраивалась в новых координатах по оси абсцисс соответствующих традиционному способу и данные КДО могли быть легко сопоставлены с кривыми, измеренными традиционным методом.

КДО измеренная с помощью системы АСВ представляла собой два практически одинаковых дифракционных пика (в пределах погрешности), при этом по оси абсцисс откладывались независимые каналы счета. Для замены каналов счета на градусы фазы использовался тот факт, что координаты максимумов двух пиков соответствуют невозмущенному состоянию, то есть $\varphi=0^\circ$, а расстояние между ними 180° или π радиан. Поэтому для формирования оси абсцисс, по которой откладывалась фаза колебания резонатора, достаточно было перенести начало координат в положение максимума одного из пиков, а каждый канал счета принять равным: $\varphi_1^\circ = N_{\text{кан. счет}}/360^\circ$, или $\varphi_1, \text{рад.} = N_{\text{кан. счет}}/2\pi$, где $N_{\text{кан. счет}}$ – максимальное количество каналов счета в настоящем эксперименте.

2.3. РАЗРАБОТКА РЕНТГЕНООПТИЧЕСКИХ СХЕМ

2.3.1. Рентгенооптическая схема «Источник-образец-анализатор»

Рентгенооптическая схема для реализации управления характеристиками рентгеновского пучка источник-образец-анализатор приведена на **рис. 2.4** и представляет собой двухкристальную параллельную схему высокоразрешающей дифрактометрии, в которой анализатором является составной рентгеноакустический резонатор. При этом регистрация интенсивности и углового рас-

предела диврагированного пучка осуществляется при ультразвуковой модуляции параметров рентгенооптического кристалла.

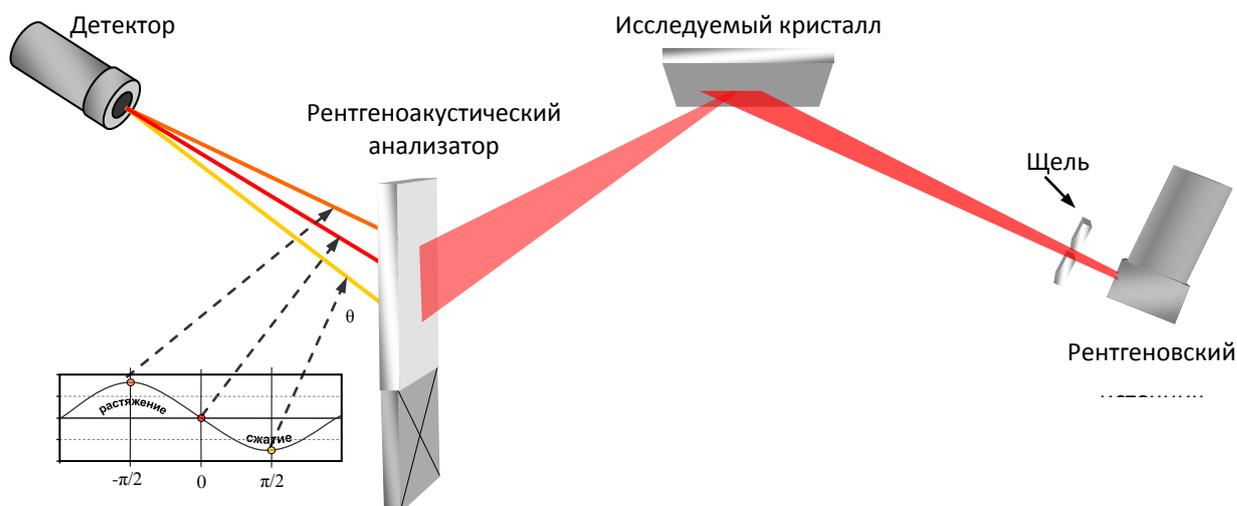


Рис. 2.4 Рентгенооптическая схема эксперимента измерения КДО с использованием рентгеноакустического анализатора, в которой исследуемый кристалл и кристалл-анализатор неподвижны.

Кристалл-образец, помещенный в расходящийся пучок сразу после трубки, выполняет функции монохроматора и коллиматора, при этом внося свои коррективы и дополнительно рассеивая рентгеновский пучок на малые углы («в меру своей испорченности»).

Дифрагированный образцом рентгеновский пучок ограничивается щелью и направляется на рентгеноакустический резонатор, установленный под брэгговским углом в геометрии Лауэ. Рентгенооптический элемент составного рентгеноакустического резонатора в данном случае выполняет функцию анализатора излучения дифрагированного кристаллом-образцом.

Размещенный на втором гониометре рентгеноакустический элемент выполняет роль анализатора рентгеновского пучка, отраженного от первого кристалла.

2.3.2. Рентгенооптическая схема «Источник-монохроматор-образец»

На **рис.2.5** представлена реализованная рентгенооптическая схема источник-монохроматор-образец, которая представляет собой двухкристальную параллельную схему высокоразрешающей дифрактометрии.

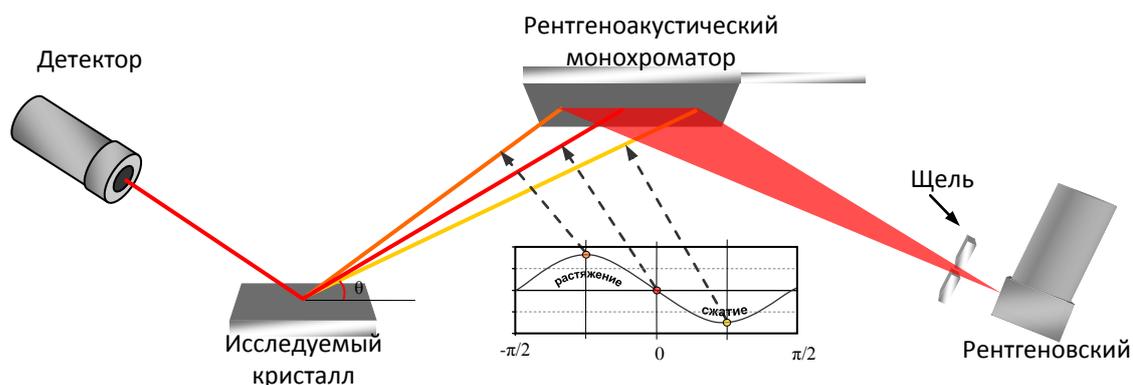


Рис 2.5 Рентгенооптическая схема эксперимента измерения КДО с использованием рентгеноакустического монохроматора, в которой исследуемый кристалл и кристалл-монохроматор неподвижны.

В отличие от предыдущей схемы, в этом случае рентгеноакустический элемент установлен до кристалла-образца используется в качестве кристалла-монохроматора. Таким образом, управление параметрами рентгеновского пучка может осуществляться до того, как пучок падает на кристалл-образец. При этом регистрация интенсивности и углового распределения дифрагированного пучка осуществляется, как и в предыдущем случае, при ультразвуковой модуляции параметров рентгенооптического кристалла.

В геометрии Лауэ на рентгеноакустический резонатор падает расходящийся пучок после трубки и ограниченный щелью. В этом случае дифрагированный рентгенооптическим кристаллом пучок не параллелен и на кристалл-образец направляется расходящийся в некотором угловом диапазоне вблизи брэгговского угла пучок. При этом кристалл-образец устанавливается в геометрии дифракции на отражение. Таким образом, возникает ситуация, когда на образец падает промодулированный по углу падения (вблизи угла Брэгга) рентгеновский пучок, причем угол изменяется периодически, как в пространстве, так и во времени по гармоническому закону.

Указанный диапазон углов определяется угловой расходимостью источника излучения, размерами коллимирующих щелей, амплитудой и характером ультразвуковых деформаций.

2.4. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 2

Предложен и обоснован новый метод управления рентгеновским пучком с помощью РА взаимодействий. Показано, что в схеме двухкристальной рентгеновской дифрактометрии, с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки одного из кристаллов, можно сканировать условия дифракции путем регистрации двухкристальных КДО.

На основе ультразвуковой модуляции межплоскостного расстояния разработан метод регистрации КДО, который позволяет проводить измерения при неподвижных кристаллах, и не требует использования высокоточной механики. Сканирование условий дифракции (изменение угла дифракции рентгеновского пучка) осуществляется за счет ультразвуковой модуляции (перестройки) параметра кристаллической решетки образца, анализатора или монохроматора.

Предложено два новых типа рентгенооптических схем для управления пространственно-временными характеристиками рентгеновского пучка:

- схема «Источник-образец-анализатор»;
- схема «Источник-монокроматор-образец».

Для реализации подхода была разработана система анализатора стоячих волн (АСВ), которая позволяла по поданному синхроимпульсу определить период ультразвуковых колебаний и разделить его на максимальное количество независимых каналов счета. Интенсивность дифракции регистрировалась при монотонном изменении межплоскостного расстояния d анализатора или монохроматора без механических перемещений элементов.

С помощью такой техники КДО регистрируется как зависимость интенсивности от фазы ультразвукового колебания. Для перевода шкалы абсцисс в традиционные (угл. сек) предложен алгоритм пересчета.

ГЛАВА III. РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИЕ РЕЗОНАТОРЫ ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННЫМИ ХАРАКТЕРИ- СТИКАМИ РЕНТГЕНОВСКОГО ПУЧКА

3.1. ОСОБЕННОСТИ ВОЗБУЖДЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ КОЛЕБАНИЙ В КРИСТАЛЛАХ

Ключевым элементом позволяющим реализовать показанные возможности является рентгеноакустический резонатор. Описанию комплексного подхода к созданию и тестированию таких РА элементов посвящена настоящая глава.

Использовались два типа рентгеноакустических элементов. Первый представлял хорошо известный в пьезотехнике составной резонатор. При больших амплитудах в экспериментах с такими резонаторами иногда происходило разрушение по склейке, так как там происходит интенсивное поглощение энергии колебаний. Поэтому автором диссертации был предложен второй тип – монолитный резонатор. Использование таких резонаторов позволило решить проблему разрушения.

Традиционными материалами, используемыми для рентгенооптических элементов, являются кремний или германий – кристаллы с высоким совершенством кристаллической структуры и высокой яркостью отражений. Однако эти кристаллы не обладают пьезоэлектрическими свойствами и поэтому прямое возбуждение упругих колебаний в них весьма затруднено. Для эффективного возбуждения упругих волн в таких средах применяются внешние пьезоэлектрические преобразователи. Существуют несколько типов конструкций таких элементов, нами был выбран вариант, показанный на **рис. 3.1**

Рентгенооптические и ультразвуковые составные части вводятся в акустический контакт путем склеивания торцевыми гранями. Получившаяся система представляет собой составной резонатор

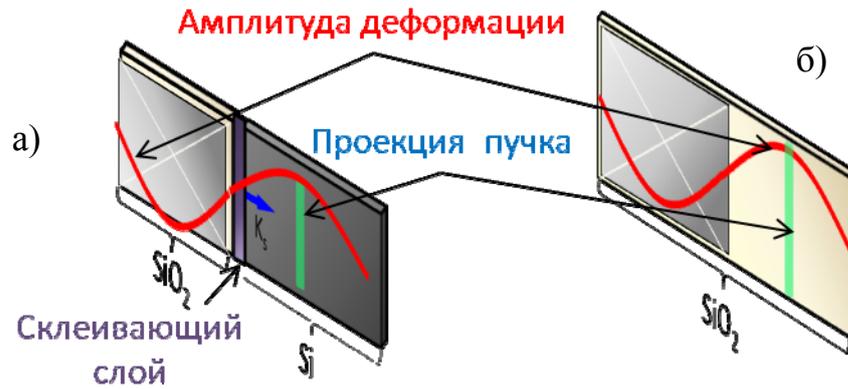


Рис. 3.1. Схемы используемых резонаторов, ожидаемое распределение амплитуды ультразвуковой деформации по длине кристалла и проекция рентгеновского пучка. а) составной резонатор, б) монолитный

К электродам пьезопреобразователя прикладывается переменное напряжение, и за счет обратного пьезоэффекта в кристалле пьезопреобразователя возникает объемная ультразвуковая волна, которая переходит в рентгенооптический кристалл. В составном резонаторе, в случае если все параметры кристаллов подобраны правильно, то есть по длине каждого из кристаллов укладывается ровно полдлины волны, возникает акустический резонанс.

Расчет такого составного резонатора, на первый взгляд, достаточно прост. Необходимым условием его функционирования является совпадение собственных резонансных частот рентгенооптического кристалла и кристалла -пьезопреобразователя. В простейшем случае, скорости звука можно считать константами для каждого элемента в выбранном продольном направлении и поэтому резонансная частота должна определяться следующим обра-

зом: $F_{рез} = \frac{V_{КП}}{2l_{КП}} = \frac{V_{РО}}{2l_{РО}}$, где $V_{КП}$ и $V_{РО}$ - скорости звука, а $l_{КП}$ и $l_{РО}$ - длины

преобразователя и рентгенооптического кристалла соответственно. Как упоминалось ранее, для эффективного управления рентгеновским пучком, требуется, чтобы ширина проекции падающего пучка засвечивала на кристалле область много меньшую длины ультразвуковой волны. Это дает возможность локализовать области градиентной или однородной деформации. В первом случае, кристалл будет дополнительно рассеивать рентгеновский пучок. Во

втором, деформация будет практически постоянной по пучку и переменной во времени. С помощью такой деформации можно сканировать параметры дифракции с высоким временным разрешением.

Следовательно, имеется единственное существенное требование к размеру (длине) рентгенооптического кристалла: длина кристалла, равная половине длины волны резонанса основной моды (первой гармоники) продольных колебаний должна многократно превышать ширину рентгеновского пучка, составляющую на образце 0.1 – 2 мм. В зависимости от скорости звука в направлении длины пластинки её продольные размеры составляют от 10 до 30 мм, что соответствует резонансной частоте 50 - 200 кГц.

Однако на практике колебания кристаллических пластин имеют более сложный характер из-за упругой анизотропии в кристаллах [97]. упругий характер связи между деформацией растяжения-сжатия и сдвиговой усложняет характер колебаний. Что потребовало проведения дополнительных расчетов.

3.2. РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ СОСТАВНЫХ И МОНОЛИТНЫХ РЕЗОНАТОРОВ

В анизотропных средах скорости распространения ультразвука зависят от направления. В общем случае могут распространяться три волны: квазипродольная (в особых случаях чистая продольная) и две поперечные (в особых случаях чистые поперечные).

Решение задачи о распространении акустических волн в кристаллах, в общем случае есть решение уравнение движения:

$$\rho \frac{\partial^2 \omega_i}{\partial t^2} = f_i, \quad (3.1)$$

f_i – компонента объемной силы, уравнения состояния для пьезокристаллов (теплопроводностью, механическими потерями и электрической проводимостью упругих колебаний пренебрегаем).

Электромагнитные поправки в задаче о распространении упругих волн в пьезоэлектрике имеют порядок квадрата отношения скорости звука к ско-

рости света $(v/c)^2$, величина не превышает 10^{-9} и характеризует ошибку квазистатического приближения. Тогда электрическое поле в пьезоэлектрическом кристалле:

$$\text{rot } \mathbf{E} = 0, \text{ тогда } E_n = -\frac{\partial \varphi}{\partial x_n} \quad (3.2)$$

где φ – потенциал электрического поля.

Системы уравнений (3.1),(3.2) распадаются на два независимых относительно φ и v уравнения, связанных через смещение ω

$$\varphi = \frac{(e_{mkl}^{u,S} n_m n_l) \omega_k}{\varepsilon_{rs}^{u,S} n_r n_s},$$

$$(\Gamma_{ik}^E + \mathbf{K}_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik}) \omega_k = 0, \quad (3.3)$$

$$\Gamma_{ik}^E = c_{ijkl}^{E,S} n_j n_l; \mathbf{K}_{ik} = \frac{\Psi_i \Psi_k}{\varepsilon}; \Psi_i = e_{mkl}^{u,S} n_m n_l; \varepsilon = \varepsilon_{mn}^{u,S} n_m n_n \quad (3.4)$$

Тензор Γ_{ik}^E называется тензором Кристоффеля. Обозначим второй тензор Кристоффеля $\Pi_{ik} = \Gamma_{ik}^E + \mathbf{K}_{ik}$. Тензоры Γ_{ik}^E и \mathbf{K}_{ik} симметричны и тензор Π_{ik} тоже симметричен, из чего следует дисперсионное уравнение для системы (3.4):

$$\left| (\Pi_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik}) \right| = 0 \quad (3.5)$$

имеет три действительных положительных собственных значения, которые определяют скорости трех акустических волн, распространяющихся в направлении n , для которого сформирован тензор Π_{ik} , а система собственных векторов, соответствующих собственным значениям, определяет взаимно ортогональные линейные поляризации этих волн. Среди собственных значений матрицы нет решения для потенциала, а это значит, что в пьезоэлектрическом кристалле волна потенциала не является свободной, собственной, а является связанной, сопровождающей упругую волну.

При отсутствии пьезоэффекта тензор $\mathbf{K}_{ik} = 0$, и распространение упругих волн в кристалле определяется исключительно тензором Γ_{ik}^E , который составлен из компонент тензора c_{ijkl}^E .

При наличии пьезоэффекта принято говорить о дополнительной электрической жесткости пьезоэлектрических кристаллов. В этом случае тензор Π_{ik} составлен из ужесточенных упругих модулей

$$\tilde{\Pi}_{ijkl} = c_{ijkl}^{E,S} + \frac{e_{pij}^{u,S} n_p e_{qkl}^{u,S} n_q}{\varepsilon_{jk}^{u,S} n_j n_k} \quad (3.6)$$

Величины \tilde{c}_{ijkl} не являются настоящими упругими модулями, поскольку они определены только для плоских упругих волн и зависят от направления.

Как следует из (3.6), при наличии пьезоэффекта фазовая скорость звука будет больше, чем при его отсутствии.

Механическое затухание, обусловленное дополнительными объемными силами, пропорциональными скорости, приводит к ужесточению кристалла.

В ограниченной среде при распространении ультразвука могут возникать стоячие волны. В пьезоэлектрическом кристалле при приложении электрического поля в нем возникают механические деформации в определенных направлениях. Если приложить переменное электрическое поле с частотой, совпадающей с частотой механического резонанса, то в такой системе возникают эффективные механические колебания. При этом амплитуда деформации увеличивается по сравнению с бегущей волной на несколько порядков (на величину добротности резонатора).

Теперь, если рассматривать случай тонкого и узкого стержня, возникающие продольные колебания можно рассматривать, как одномерную задачу в этом случае деформации в поперечных направлениях можно считать пренебрежимо малыми. Вначале необходимо сделать предположение, что пьезоэлектрические свойства такого стержня также пренебрежимо малы. Обозначив S_{ii} деформацию по направлению вдоль, положим, что на стержень воздействует исключительно упругое напряжение T_{ii} . Выразим, согласно уравнению

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl}, \quad (i, j, k, l = 1, 2, 3), \quad (3.7)$$

упругое напряжение T_{ii} с помощью деформации S_{ii} , причем последняя определяется из уравнения

$$S_{ij} = 1/2 (\partial u_i / \partial x_j + \partial u_j / \partial x_i), \quad (3.8)$$

как функция смещения u_i . Если подставить T_{ii} в выражение $T_{ij} + f_j = \rho (dv_j/dt)$, то продольным колебания заданного стержня будут иметь следующее уравнение движения:

$$u_{i,ii} - 1/c_i^2 (\partial^2 u_i / \partial t^2) = \mu(x_i, t), \quad (3.9)$$

В случае жесткого закрепления стержня в середине, при условии, что его края являются свободными, граничные условия примут вид

$$[u_{i,1}]_{x_1=\pm l} = 0. \quad (3.10)$$

Метод Бернулли используем для поиска решения уравнения (3.9). При этом, сначала находится решение, которое бы соответствовало условиям на границе, после чего учитываются стартовые условия.

Из решения уравнения (3.9) можно определить частоту собственных колебаний h -го порядка, которая будет записана в виде:

$$f_h = \omega_h / 2\pi = \xi_h c_i / 2\pi = hc_i / 4l \quad (3.11)$$

Теперь рассмотрим случай, когда кристалл выполнен из пьезоэлектрического материала. Резонансная частота определяется выражением

$$f_h = h/4l (1/\rho s_{11}^E)^{1/2} \quad (3.12)$$

Колебания при этом должны быть незатухающими и не сопровождаться какими-либо диссипациями энергии, а влияние массы и упругих свойств электродов пренебрежимо мало.

Продольные колебания узких изотропных пластин могут рассматриваться как одномерные колебания с частотами, описываемыми простой формулой:

$$f = \frac{n K_f}{l}, \quad (3.13)$$

где n – целое число, говорящее о порядке колебания, K_f – коэффициент, l – длина пластинки. В случае осцилляций низших порядков и в случае узких пластин частоты продольных колебаний будут находиться в кратных соот-

ношениях, причем, с увеличением частоты или ширины кристалла существенно возрастает отклонение от кратности. Это вызвано тем, что одномерная теория не учитывает деформации по другим направлениям, влияние которых возрастает с увеличением частоты. На частоту особо сильное влияние оказывают компоненты смещений, которые были бы перпендикулярны длине пластины. Частота осцилляций уменьшается в результате увеличения общей амплитуды смещений. Кроме того, известно, что с увеличением отношения ширины к длине поперечные смещения также возрастают, что также характерно для увеличения гармоник, т.к. в таком случае надо рассматривать длину половолны вместо длины пластины.

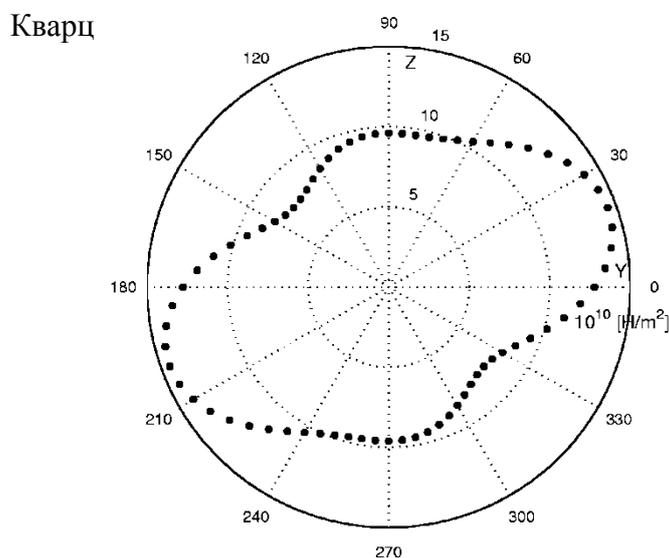


Рис. 3.2. *Расчитанные зависимости модуля Юнга пластины X-среза с длиной составляющей угол с осью Y в плоскости YZ для кристаллов.*

Теперь очевидно, что частота резонанса при определенных размерах длины резонатора зависит от выбора кристаллографического направления. На **рис. 3.2** изображено как меняется модуль Юнга пластины X-среза в плоскости YZ для кварцевого кристалла. Из анализа рисунка становится понятно, что около оси Y возникает значительная зависимость частоты резонанса исследуемого кристалла от направления, в котором происходит распространение волн.

Для того чтобы выполнялось условие чистой моды колебаний для изготовления резонаторов выбирались такие ориентации кристаллов, при кото-

рых направления фазовой и групповой скорости совпадают. На **рис. 3.3** представлены диаграммы распространения фазовой и групповой скорости для кристалла кварца.

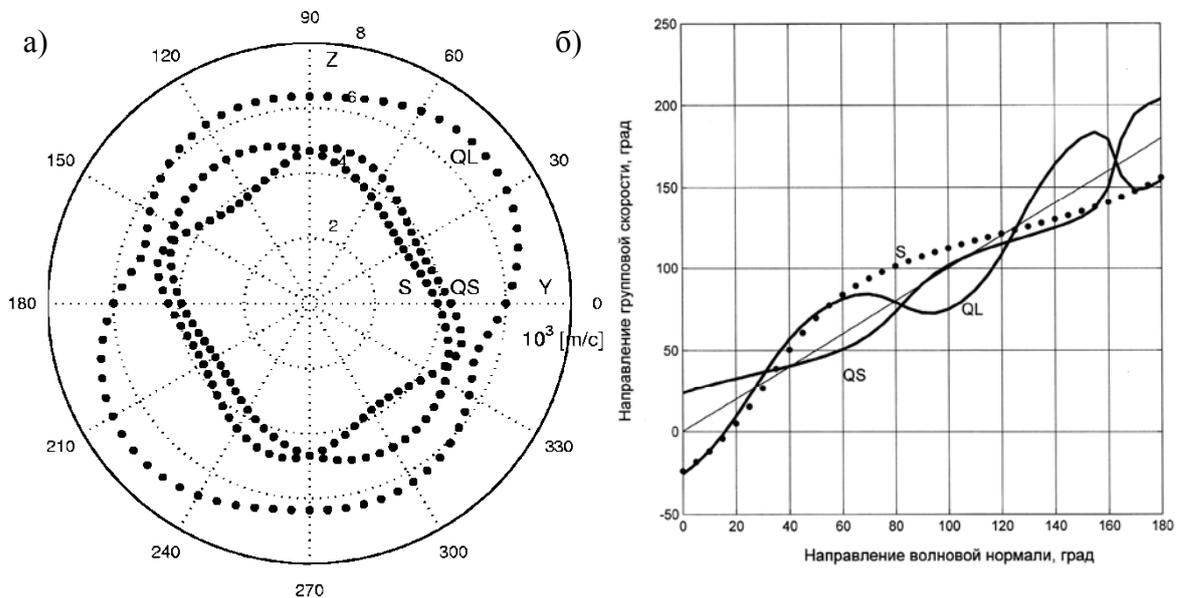


Рис. 3.3 (а) - Срез поверхности фазовых скоростей в км/с плоскостью YZ (100) для кристалла SiO_2 ; Q -квази, L – продольные, S – поперечные волны. (б) - Направления распространения групповых скоростей в зависимости от направления волновой нормали для кристаллов SiO_2 в плоскости (100).

При повороте пластины кварца вокруг оси X на углы $-18,5^\circ$ и $71,5^\circ$ связь с колебаниями сдвига исчезает, и пластины такой ориентации совершают чисто продольные колебания. В соответствии с этим для кварца лучше всего подходит срез ($XYtw1-18.5^\circ/0^\circ/0^\circ$).

В настоящей работе были проведены расчеты основных характеристик распространения объемных акустических волн в основных кристаллографических плоскостях для кристаллов германия и кремния.

Кристаллы Ge и Si относятся к кубической сингонии с точечной группой симметрии $m\bar{3}m$. Упругие свойства кристаллов этого типа описываются тремя независимыми значениями упругих модулей c_{ik} .

В основных кристаллографических плоскостях (001), (010) и (110) были рассчитаны фазовые и групповые скорости, поляризации, отклонения по-

тока энергии от волновой нормали \mathbf{k} . На рис. 3.4а, б и в приведены сечения поверхности фазовых скоростей кристаллографическими плоскостями (001), (010) и (110) для кристалла германия.

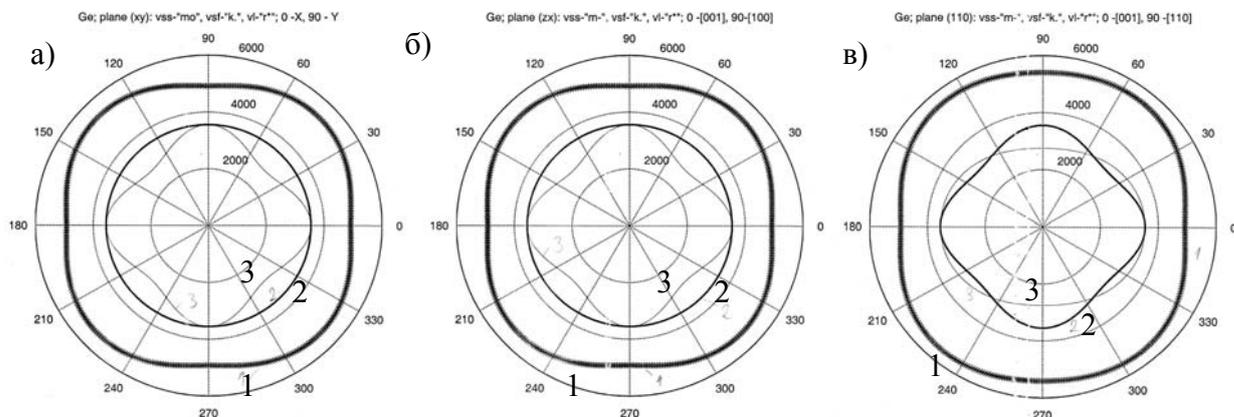


Рис.3.4 Сечение поверхности фазовых скоростей германия плоскостями (001), (010) и (110) (соответственно а, б и в); а, б: 1 – квази продольная волна, 2 – чисто поперечная волна, 3 – квази поперечная волна; в: 1 – квази продольная, 2, 3 – квази поперечные волны.

Аналогичные расчеты сечений (010) и (110) для кремния приведены на рис.3.5а и б.

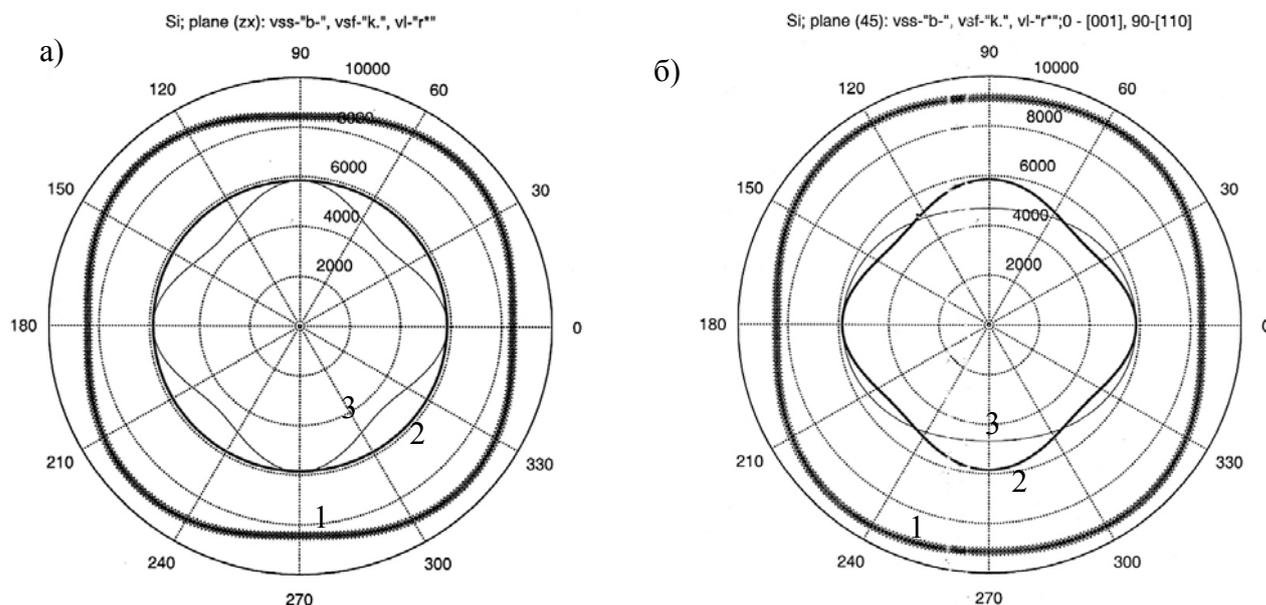


Рис.3.5 Сечение поверхности фазовых скоростей кремния плоскостями, (010) и (110) (соответственно а, и б); а: 1 – квази продольная волна, 2 – чисто поперечная волна, 3 – квази поперечная волна; б: 1 – квази продольная, 2, 3 – квази поперечные волны.

Для этих же плоскостей на рис. 3.6а, б и в представлены зависимости направления групповых скоростей от ориентации волновой нормали.

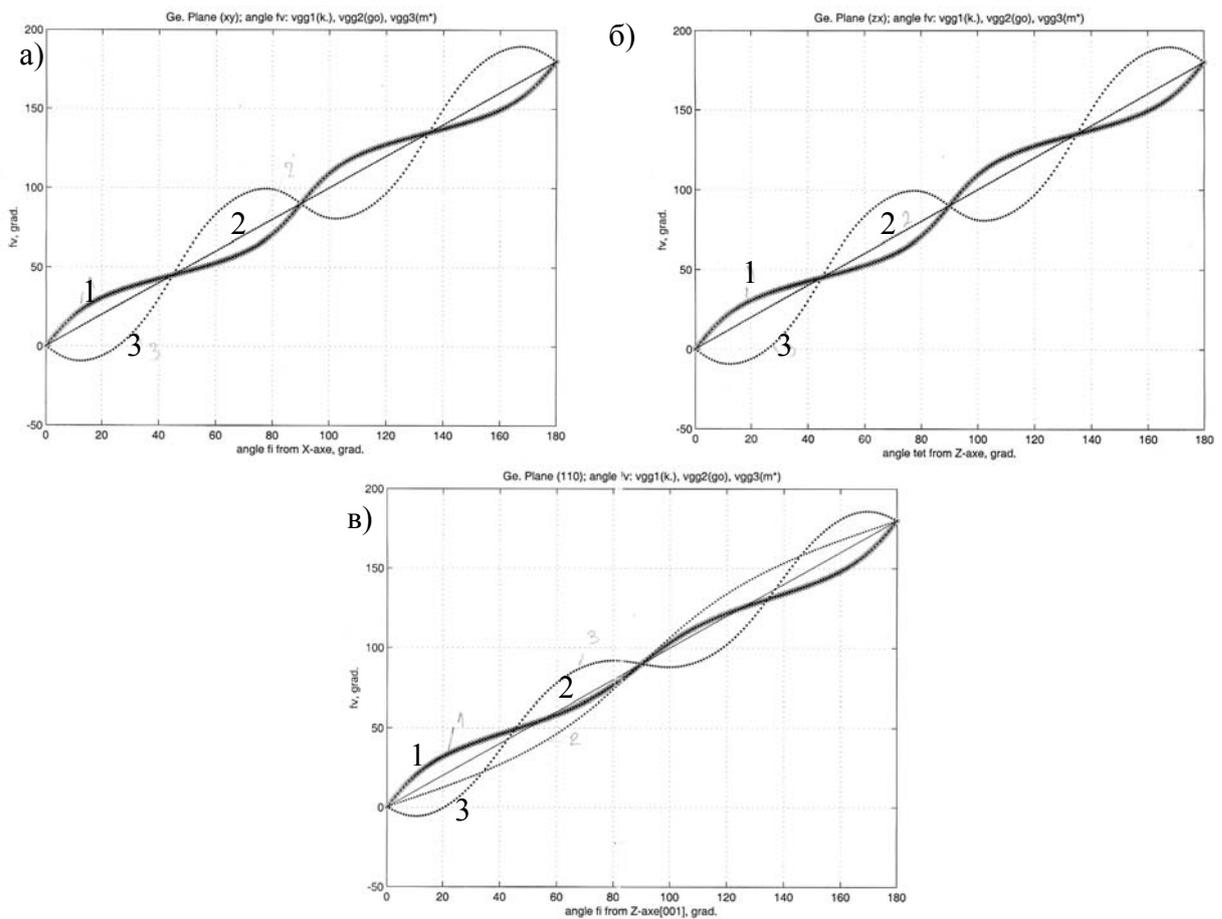


Рис.3.6 Германий. Направления распространения звукового луча в зависимости от направления волновой нормали; а, б: для квази продольной (1), чисто поперечных (2) и квази поперечных (3) волн в плоскостях (001) и (010); в: квази продольных (1), квази поперечных (2,3) волн в плоскости (110).

Такие же зависимости для кремния приведены на **рис. 3.7а** и **б**.

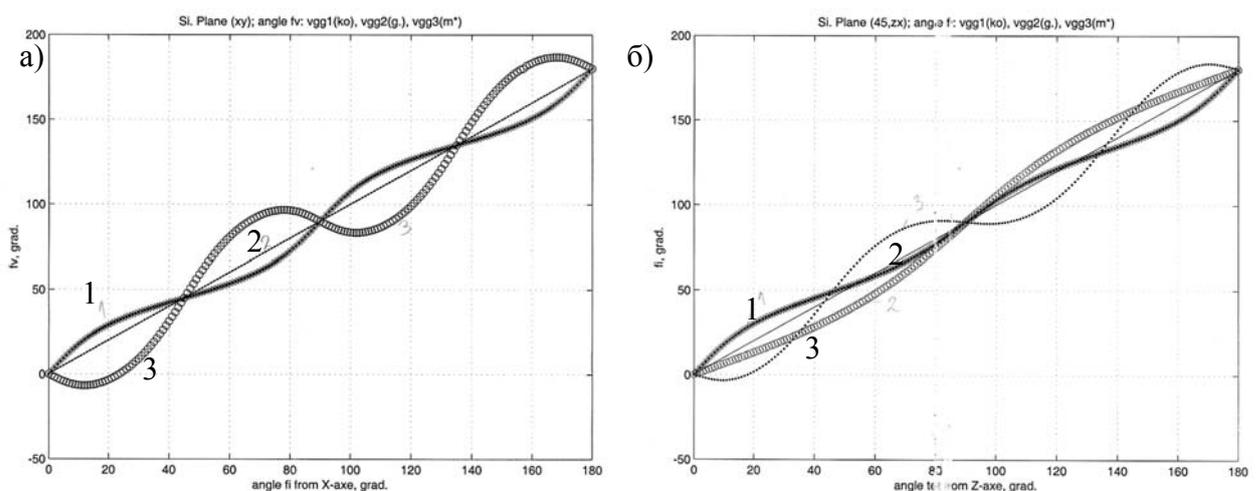


Рис.3.7 Кремний. Направления распространения звукового луча в зависимости от направления волновой нормали; для а: квази продольной (1), чисто поперечной (2) и квази поперечной (3) волн для плоскости (001); б: квази продольной (1), квази поперечных (2,3) волн в плоскости (110).

Из рисунков видно, что максимальной анизотропией обладает квазипоперечная волна (быстрая сдвиговая волна), распространяющаяся в плоскости (110). Отклонение потока энергии в этом случае $19,1^\circ$ для направления, составляющего угол с осью Z 66° в плоскости (110). В кремнии то же отклонение потока энергии будет $17,1^\circ$ для направления, составляющего угол с осью Z 66° в плоскости (110). Необходимо отметить, что и в германии и в кремнии быстрая сдвиговая волна, распространяющаяся в плоскостях (001) и (010), является чисто поперечной, т.е. вектор смещения составляет угол 90° с направлением распространения. Легко видеть, что характер угловых зависимостей фазовых скоростей, описывающих анизотропию фазовых скоростей упругих волн, отражает симметрию кристаллов. В кубических кристаллах, каковыми являются германий и кремний, в плоскости (100) имеются особые направления $[100]$ и $[010]$, для которых скорости поперечных волн равны. Такие направления называются акустическими осями. Вдоль них возможно распространение поперечных волн с произвольной поляризацией.

Для медленной сдвиговой волны максимальное отклонение потока энергии в плоскости (xy) в германии составляет угол $26,4^\circ$ для направления, составляющего угол с осью X 68° . В кремнии отклонение потока энергии и плоскости (xy) составит угол $23,7^\circ$ для этого же направления.

В соответствии с расчетами были выбраны кристаллические пластины требуемой ориентации и размеров, обеспечивающих продольную моду ультразвуковых колебаний на основной частоте, что дает возможность изготовления рентгеноакустических элементов. Параметры этих элементов приведены в таблице 3.1

3.3. РАЗРАБОТКА И ИЗГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

С учетом вышесказанного требовалось изготовить кристаллические пластины-заготовки с требуемыми размерами и ориентациями.

При изготовлении кристаллических пластин кремния, германия и фторида лития проводилась распиловка кристаллической булы в соответствии с **рис.3.8**. При изготовлении пластин, в первую очередь, проводилась ориентация рабочей поверхности. Контроль ориентации проводился с помощью рентгеновского дифрактометра. В случае сильной разориентации полученного среза проводилась шлифовка поверхности пластины, направленная на уменьшение разориентации. В дальнейшем кристалл пилился на плоскопараллельные пластины.

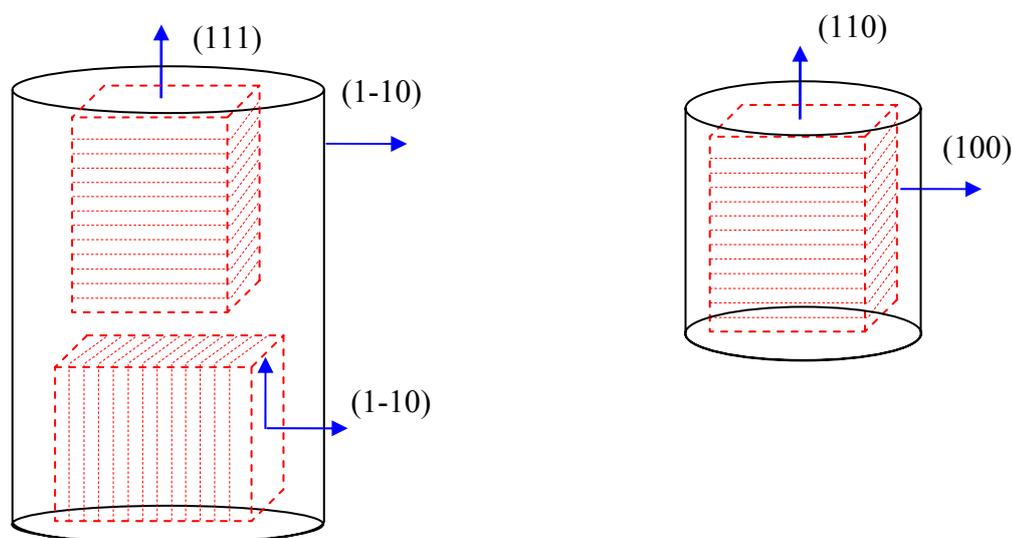
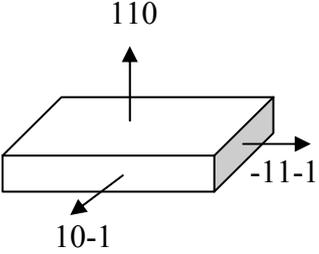
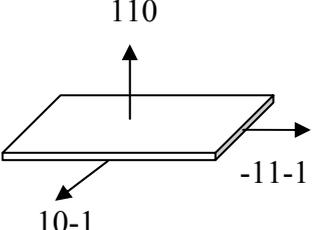
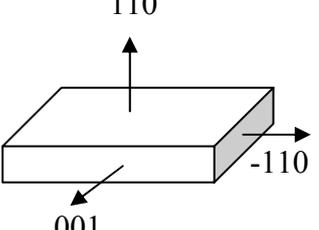
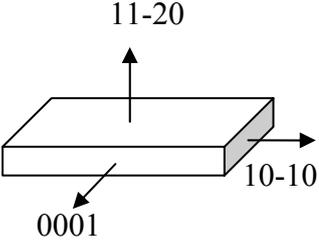
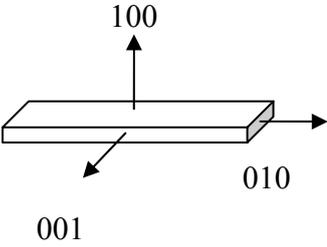


Рис. 3.8. *Схема распиловки булы монокристалла кремния при изготовлении монокристаллов*

Проводилась асимптотическая обработка рабочих поверхностей монокристаллов и последующий рентгеновский контроль ориентации. Торцы пластин шлифовались. Химически полирующим травлением удалялся нарушенный слой, возникший при механической обработке. Были использованы травители Даша и СР-4 в различной концентрации. Таким образом, были получены заготовки для изготовления элементов рентгеноакустической оптики.

Таблица 3.1. Ориентация кристаллических заготовок и методы обработки.

Тип заготовки для тестового образца	Ориентация и метод обработки поверхностей и торцов	Схема образца
<p>Кремневые заготовки для тестовых образцов – Si 35*35*3 mm Ориентация поверхности [110], Граней [10-1], [-11-1]</p>	<p>Кремневые заготовки для тестовых образцов – Si 35*35*3 mm ± 0,5 мм Twl XY 0°, 0°, 0° Ориентация поверхности [110] ± 1', граней [10-1], [-11-1] ± 1' Обработка поверхностей – асимптотическая обработка (шлифовка, полировка 20 мкм – 0,1 мкм)</p>	
<p>Германиевые заготовки для тестовых образцов – Ge 20*15*1 mm Ориентация поверхности [111], длина по [1-10]</p>	<p>Германиевые заготовки для тестовых образцов – Ge 20*15*1 mm ± 0,5 мм Twl XY 0°, 0°, 0° Ориентация поверхности [110] ± 1', граней [10-1], [-11-1] ± 1' Обработка поверхностей – асимптотическая обработка (шлифовка, полировка 20 мкм – 0,1 мкм)</p>	
<p>Заготовки для тестовых образцов из парателлурита – TeO₂ 35*35*3 mm Ориентация поверхности [110], граней [10-1], [-11-1]</p>	<p>Заготовки для тестовых образцов – TeO₂ 35*35*3 mm ± 0,5 мм Twl XY 0°, 0°, 0° Ориентация поверхности [100] ± 1', граней [10-1], [-11-1] ± 1' Обработка поверхностей – асимптотическая обработка (шлифовка, полировка 20 мкм – 0,1 мкм)</p>	

<p>Кварцевые заготовки для тестовых образцов SiO₂ 25*20*4 mm Ориентация [11-20]</p>	<p>Кварцевые заготовки для тестовых образцов SiO₂ 25*20*4 mm Twl XY 0°, 0°, 0° Ориентация поверхности [11-20] ± 1', длина по [10-10] ± 1' Обработка поверхностей – асимптотическая обработка (шлифовка, полировка 20 мкм – 0,1 мкм)</p>	 <p>11-20 10-10 0001</p>
<p>Заготовки для тестовых образцов из LiF LiF 25*12*2 mm Ориентация поверхности [100], длина по [010]</p>	<p>Кремневые заготовки для тестовых образцов – LiF 25*12*2 mm мм Twl XY 0°, 0°, 0° Ориентация поверхности [100], длина по [010] Обработка поверхностей – асимптотическая обработка (шлифовка, полировка 20 мкм – 0,1 мкм)</p>	 <p>100 010 001</p>

Изготовление составных резонаторов – это сложный технологический процесс, требующий соблюдения условий высокой точности выполнения операций на всех этапах. Ширина пластины пьезоэлектрического кристалла-преобразователя выбиралась близкой к размерам рентгенооптического кристалла. Толщина выбиралась из технологических соображений и составляла величину 0,5-1 мм. Требования совпадения резонансных частот определяли длину кристалла-преобразователя (исходя из совпадения собственных частот кристалла-преобразователя и рентгенооптического кристалла). При этом для расчета длины должны использоваться значения частотных постоянных для соответствующих кристаллов и ориентаций граней.. Торцы пластин должны быть плоскопараллельными с точностью 0,1 мкм. Финишная обработка поверхностей торцов – полировка.

Поверхности пластин пьезоэлектрических кристаллов должны быть подготовлены специальным образом: мелкая шлифовка 10 мкм и на них методом магнетронного или вакуумного распыления должен быть осажден металл с предварительным нанесением подслоя для обеспечения наибольшей адгезии контактов к поверхности кристалла.

Электроды должны обеспечивать хороший контакт с поверхностью образца, а их материал должен быть стоек к коррозии в условиях испытаний. Материалом электродов может служить металл с низким удельным сопротивлением, устойчивый к внешним воздействиям. Это благородные металлы: платина, золото, серебро. Из неблагородных металлов предпочтительным является никель, как наиболее аттестованный для пьезоэлектрических измерений и устройств. Также применялись специальные проводящие пасты. Возможно также использование других методов. Поверхностное сопротивление электродов не должно превышать 10 Ом.

Поверхности рентгенооптических элементов необходимо обрабатывать методами асимптотической шлифовки и химического травления, обеспечивающими отсутствие приповерхностного нарушенного слоя.

Кристалл-преобразователь и рентгенооптический кристалл должны быть склеены торцевыми поверхностями специальным клеем, пропускающим ультразвуковые колебания и не создающим дополнительные деформации в кристалле. Сдвиг резонансных частот пьезопреобразователей после склейки с рентгенооптическим элементом не должен превышать 1%. При необходимости должна быть проведена коррекция длины одного из элементов (плоскопараллельная шлифовка торцевой поверхности). Совпадение собственных частот продольных по длине колебаний, обеспечивает эффективное возбуждения колебаний растяжения–сжатия: возникновение механического резонанса и формирование стоячей продольной волны

В соответствии с расчетами и выполнением всех описанных процедур из заготовок были изготовлены составные и монолитные резонаторы, параметры которых приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 Созданные рентгеноакустические резонаторы

Элемент	Кристалл-преобразователь				Рентгенооптическая часть			
	Длина	Ширина	Толщина	Ориентация	Длина	Ширина	Толщина	Ориентация
Составные резонаторы								
SiO ₂ +Si	$[\bar{1}\bar{1}0]$ 15,8мм	$[001]$ 9мм	$[110]$ 0,5мм	-18.5°/0°/0°	$[\bar{1}10]$ 28,5мм	$[11\bar{2}]$ 9мм	$[111]$ 0,5мм	0°/0°/0°
SiO ₂ +Ge	$[\bar{1}\bar{1}0]$ 15,8мм	$[001]$ 9мм	$[110]$ 0,5мм	-18.5°/0°/0°	$[\bar{1}10]$ 15,6мм	$[11\bar{2}]$ 9мм	$[111]$ 0,4мм	0°/0°/0°
SiO ₂ +LiF	$[\bar{1}\bar{1}0]$ 15,8мм	$[001]$ 9мм	$[110]$ 1мм	-18.5°/0°/0°	$[010]$ 19,4мм	$[001]$ 9мм	$[100]$ 1мм	0°/0°/0°
Монолитные резонаторы								
SiO ₂	$[\bar{1}\bar{1}0]$ 25мм	$[001]$ 10мм	$[110]$ 1,5мм	-18.5°/0°/0°	-	-	-	-
TeO ₂	$[\bar{1}10]$ 29мм	$[001]$ 8мм	$[110]$ 0,5мм	0°/0°/0°	-	-	-	-

3.4. ИССЛЕДОВАНИЯ КОЛЕБАНИЙ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

3.4.1. Электроакустический метод измерения

Созданные резонаторы исследовались на соответствие требуемым характеристикам. Здесь стоит отметить, что подобные элементы широко применяются в пьезотехнике, однако там главными критериями работоспособности являются частотный спектр колебаний, стабильность резонансной частоты и добротность. В соответствии с основными запросами к таким элементам, традиционным методом анализа таких систем является электроакустический, который состоит в записи амплитудно-частотных характеристик с высоким разрешением по частоте в широком динамическом диапазоне амплитуд. Принципиальная схема соответствующей установки представлена ниже (см. рис.3.9).



Рис. 3.9 Схема установки для измерения АЧХ и крепление кристалла-преобразователя в кристаллодержателе.

При проведении измерений с помощью электромеханического метода необходимо уделить должное внимание настройке схемы. Существует ряд факторов, которые необходимо учесть: возможные шумы и наводки от подводящих проводов, поиск оптимального положения кристалла с максимальной амплитудой установившихся колебаний и другие. В процессе работы с этой схемой был обнаружен недостаток используемого кристаллодержателя (см. **рис.3.10.**): при подаче сигнала на образец наблюдались небольшие отклонения его от начального положения – иными словами, кристалл слегка смещался в поперечном направлении в держателе (держатель **(1)** на **рис.3.10.**). Это приводило к периодическому падению итоговой амплитуды ультразвукового сигнала с максимального значения, а значит – и к падению чувствительности используемого в дальнейшем рентгенодифракционного метода.

В рамках выполненной работы эти недостатки были устранены с помощью незначительного модифицирования держателя: на него сверху была нанесена узкая полоска из скользящего материала, которая исключала возможность сползания кристалла при подаче сигнала. В дальнейшем при выполнении поставленных задач возникла еще одна проблема: при попытке жестко зафиксировать кристалл в выбранном положении по всем осям (одновременное использование держателей **(1)** и **(2)** на **рис.3.10**) велик риск его

деформирования относительно исходного состояния, поэтому требуется тщательный подбор усилия при закреплении элементов.

Тем не менее, в большинстве случаев удастся подобрать параметры крепления кристалла, обеспечивающие надежную фиксацию и исключающие деформацию кристалла.

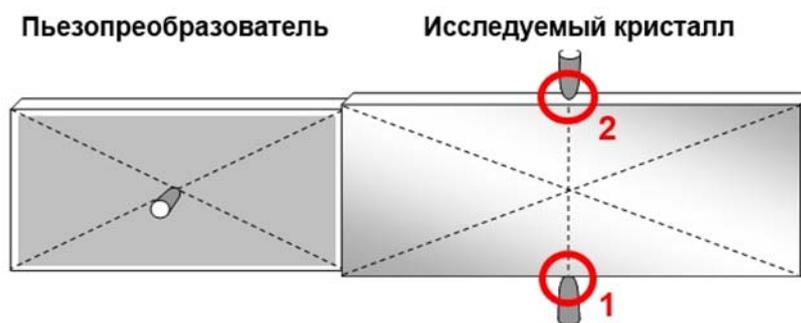


Рис. 0.10: Схематическое изображение используемого держателя для образцов

В настоящей работе использовалась более совершенная установка, которая вместо "ручного" поиска резонансной частоты позволяла проводить измерения в некотором наперед заданном диапазоне частот с одновременным построением АЧХ на всем протяжении заданного участка. Такой подход позволяет решить сразу несколько важных проблем. Во-первых, значительно уменьшается время поиска необходимой резонансной частоты. Во-вторых, подобрав соответствующий диапазон сканирования, можно либо получить представления обо всех значимых резонансных частотах, либо же акцентировать внимание на каком-либо выбранном из них заранее значении. По форме АЧХ также можно судить и о частотных характеристиках колебательного спектра.

Необходимо также отметить, что для ряда объектов выполнение задача поиска условий, описанных в разделе, посвященном подбору параметров резонаторов (соответствие собственной частоты составного резонатора, собственной частоте кристалла преобразователя (КП) и рентгенооптического кристалла (РК)), не сводится к самому простому случаю расчета через частотные постоянные. Примером такого объекта являются кристаллы фторида лития – LiF , которые в числе прочих были исследованы в данной работе. Для этих

образцов было предпринято несколько попыток подбора оптимальных геометрических параметров с целью поиска соотношения, максимально отвечающего описанным выше условиям. Подбор производился путем попеременной шлифовки торцев рентгенооптического кристалла и кристалла-резонатора. В результате была выбрана конфигурация, соответствующая максимальной амплитуде возбуждаемых ультразвуковых колебаний, в которой и проводились измерения.

Ниже представлены примеры результатов, полученных с помощью исследования электромеханическим методом: спектры АЧХ, которые позволяют судить о резонансных частотах выбранных для анализа образцов. Было проведено измерение спектров для нескольких десятков образцов, здесь же результаты представлены лишь в качестве примера, т.к. этот метод не является основным в данной работе. На **Рис.3.11**: (а): АЧХ составного резонатора $\text{SiO}_2\text{N}_{10}+\text{Si}$, первая гармоника, резонансная частота $f=160.872\text{kHz}$ (б): АЧХ составного резонатора LiF , резонансные частоты: 133.261, 215.486, 362.076kHz представлена АЧХ кремния с характерной резонансной частотой в районе 160kHz:

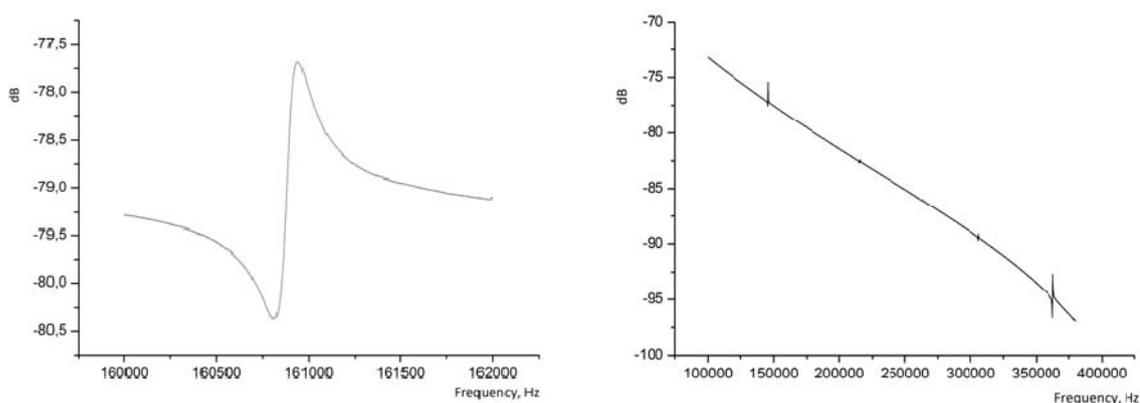


Рис.3.11: (а): АЧХ составного резонатора $\text{SiO}_2\text{N}_{10}+\text{Si}$, первая гармоника, резонансная частота $f=160.872\text{kHz}$ (б): АЧХ составного резонатора LiF , резонансные частоты: 133.261, 215.486, 362.076kHz

Установка при выборе более широкого диапазона сканирования по частоте (см. **Рис.3.11**: (а): АЧХ составного резонатора $\text{SiO}_2\text{N}_{10}+\text{Si}$, первая гармоника, резонансная частота $f=160.872\text{kHz}$ (б): АЧХ составного резонатора

LiF, резонансные частоты: 133.261, 215.486, 362.076kHz позволяет получить информацию сразу о нескольких гармониках и соответствующих резонансных частотах, каждая из которых может быть в дальнейшем просканирована с большей точностью.

Полученные в экспериментах АЧХ показывают, что резонансная частота составных резонаторов соответствует расчетным значениям и колебания носят моносоставный характер, типичный для чистой моды колебаний. Таким образом, в соответствии с теоретическими расчетами ожидалось получить распределение амплитуды деформаций по длине пластины близкой к классическому полуволновому.

3.4.2. Рентгенодифракционный метод.

Для контроля качества кристаллических объектов традиционно применяется метод измерения интенсивности дифрагированного образцом пучка при небольших отклонениях от точного брэгговского положения. Получаемая в таких экспериментах кривая называется кривой дифракционного отражения (КДО) и является, по сути, паспортной характеристикой кристалла. Изучение рентгеноакустических резонаторов проводилось на трехкристалльном рентгеновском спектрометре (ТРС). Данная установка предназначена для измерений кривых качания с высокой точностью, при этом образец может располагаться как в геометрии дифракции Лауэ **рис. 3.12** пункт **а**, т.е. на просвет, так и Брэгга **рис. 3.12** пункт **б**, т.е. на отражение. При этом система подвижек позволяла локализовать разные участки рентгенооптического элемента и обнаруживать вариации параметра решетки.

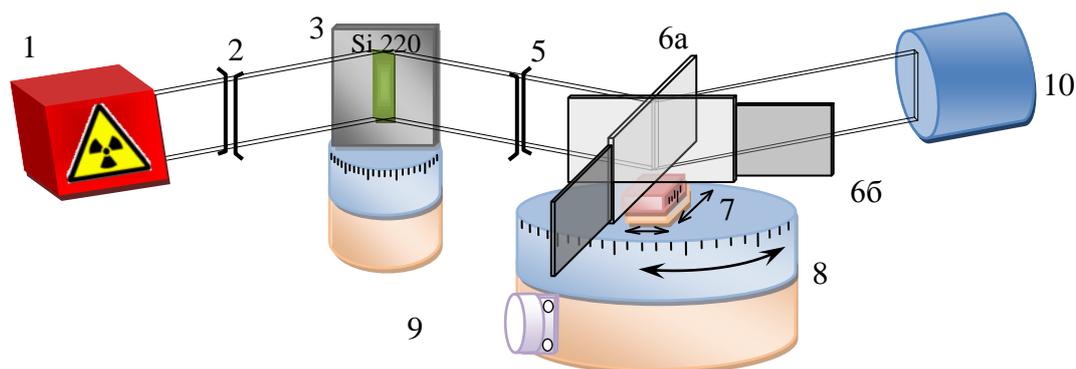


Рис. 3.12 Рентгенооптическая схема проведения экспериментов по исследованию рентгеноакустических резонаторов на ТРС. Основные элементы: 1- Источник рентгеновского излучения, 2- щель 1, 3- монохроматор, 4- гониометр монохроматора, 5- щель 2, 6а- резонатор расположен в геометрии Лауэ, 6б- резонатор расположен в геометрии Брэгга, 7- механическая подвижка, позволяющая проводить линейное сканирование образца, 8- главный гониометр, 9- шаговый двигатель для поворота гониометра с образцом. 10- синтиллиацион-

С помощью системы возбуждения и контроля ультразвука в резонаторе возбуждалась стоячая акустическая волна на резонансной частоте, определенной в электроакустических экспериментах. В этом случае, межплоскостное расстояние в области засветки изменяется со временем. Если в процессе колебаний кристалла КДО записывать интегрально по времени, то наблюдается уширение, которое пропорционально зависит от амплитуды ультразвуковых колебаний на данном участке кристалла. Поскольку область засветки рентгеновским пучком много меньше длины волны ультразвука, измеряя уширение КДО в различных точках рентгенооптического кристалла, можно получить искомое распределение амплитуды ультразвуковых колебаний.

Согласно одномерной модели, в резонаторе должны возбуждаться лишь продольные колебания, направленные по оси резонатора (ось Y). Смещения меняются вдоль оси Y по закону $u = A \cos(\pi y / L)$, где L – длина пластины, и они не зависят от координаты по ширине и толщине (рис. 3.1). Это означает, что в результате линейного сканирования вдоль поверхности рентгенооптического элемента распределение полуширины КДО должно быть близким к однородному «полуволновому» распределению. Как правило, именно такие распределения наблюдаются в экспериментах рис. 3.13а. Однако для незначительной части резонаторов картина упругих деформаций и,

соответственно, смещений может заметно отличаться от ожидаемого, несмотря на близкие к идеальным спектры АЧХ. На **рис. 3.13б** представлено распределение амплитуды колебаний по длине германиевого рентгенооптического элемента для составного резонатора кварц-германий.

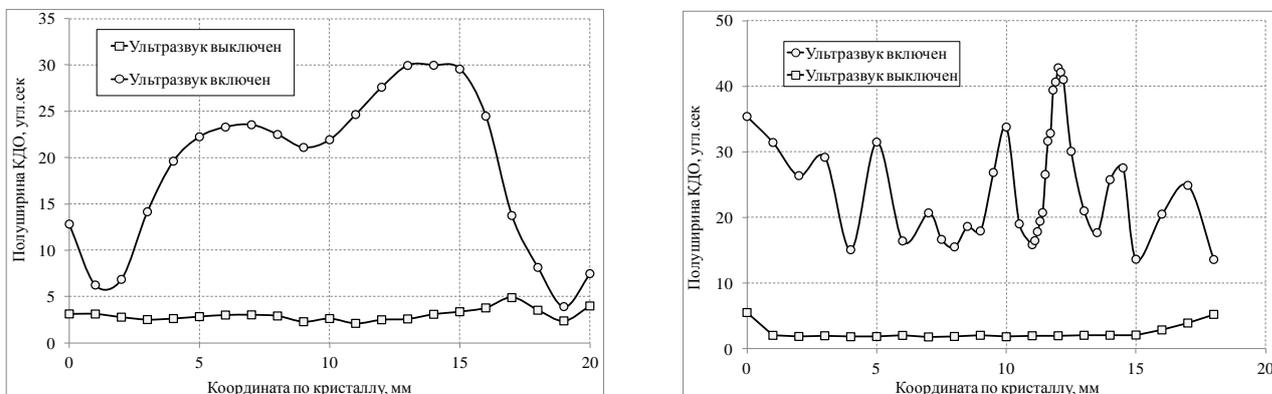


Рис. 3.13. Распределение полуширины кривой дифракционного отражения при включенном и выключенном ультразвуке, отражающее распределение амплитуды деформации а) для монолитного резонатора SiO_2 ; б) для составного резонатора

3.5. ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

Для выяснения наблюдаемых особенностей совместно с А.Н. Даринским были проведены специальные численные расчеты методом конечных элементов, который успешно применяется для изотропных сред [98]. Результаты расчетов показали, что в используемых составных резонаторах на самом деле возбуждаются смешанные колебания со смещениями по всем трем направлениям. Наибольшую амплитуду имеют продольные смещения, причем их зависимость от координаты Y достаточно точно описывается функцией $\cos(\pi y/L)$. Вместе с тем, колеблющаяся пластина совершает также смещения по осям X и Z , достигающие 10-15% амплитуды смещений по оси Y . Кроме того, смещения распределены неоднородно по толщине и ширине пластины. В результате устанавливается сложная картина распределения дисторсий по объему пластины, значительно отличающаяся от той, что предсказывает простая одномерная модель. Заметим, при выбранных нами материальных константах собственные частоты резонаторов, рассчитанные методом конечных элементов, отличаются от измеренных частот не более чем на 1%.

Таким образом, в пластинах составного рентгеноакустического резонатора распределение волнового поля связано в основном с двумя аспектами. Первый аспект - анизотропия пьезокристалла-преобразователя, что требует подбора соответствующего среза кристалла и, соответственно, выбора направления в кристаллической пластинке, вдоль которого должна распространяться ультразвуковая волна. Вторым фактором, является соотношение между толщиной, а также шириной оптического элемента и пьезокристалла-преобразователя. Причем варьируя эти параметры, можно добиваться требуемых параметров смещений. Так, например, для резонатора SiO_2+Si получены распределения, показанные на **рис. 3.14**.

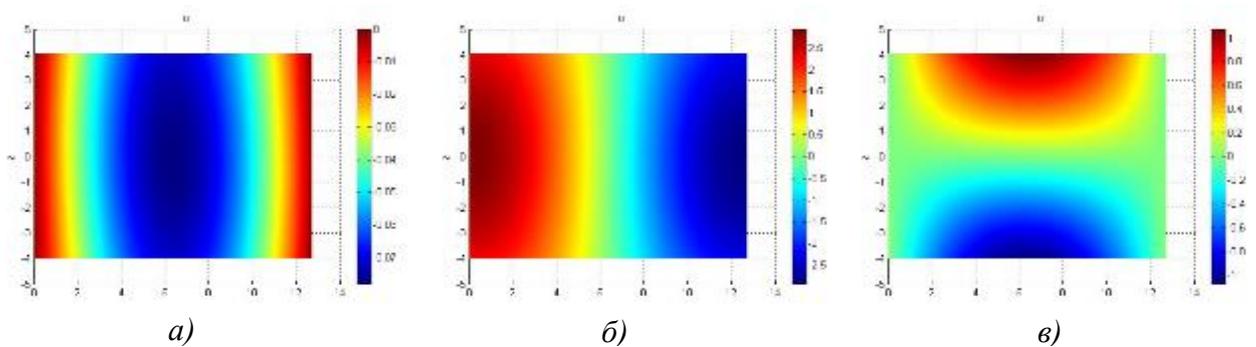


Рис. 3.14. Распределение смещений кристаллической пластины в условиях резонанса на первой гармонике в случае «чистой продольной моды». а – смещения по u_x , б – смещения по u_y , в – смещения по u_z

Для монолитных резонаторов кварца SiO_2 результаты расчетов приведены на **Рис.3.15**.

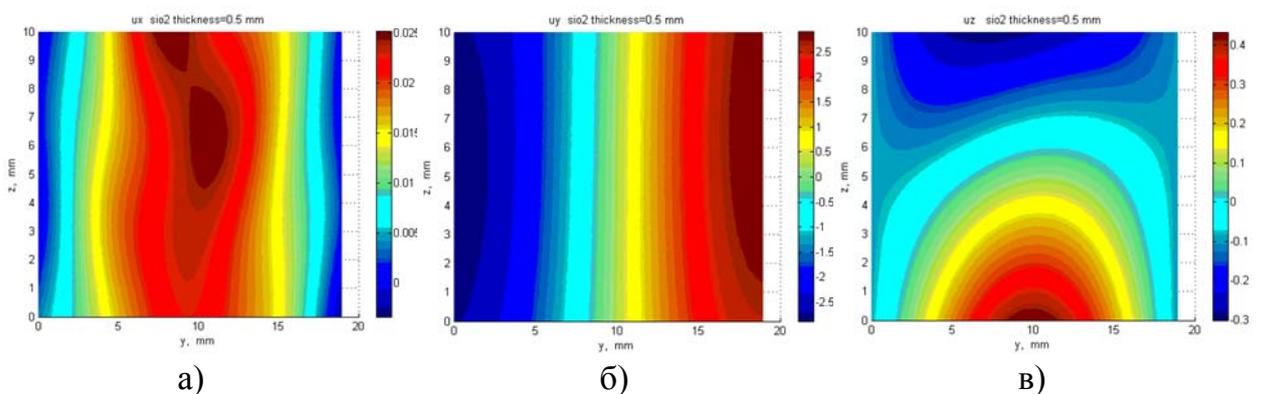


Рис. 3.15. Распределение смещений кристаллической пластины в условиях резонанса на первой гармонике монолитного резонатора кварца. а – смещения по u_x . б – смещения по u_y . в – смещения по u_z

Учитывая неидеальное распределение в направлении yx , использовать подобные элементы целесообразно в геометрии Лауэ, где распределение смещений близко к классическому полуволновому.

В то же время для резонатора SiO_2+Ge методами численного моделирования рассчитано распределение амплитуды ультразвукового смещения по координате x на поверхности $X=0$ (yz), показанное на **рис. 3.16а**. Полученное распределение показывает, что, несмотря на хорошее совпадение резонансных частот и учет упругой анизотропии полученное распределение не соответствует классическому полуволновому. Для проверки расчетов и визуализации обнаруженных неоднородностей была снята двухкристалльная дифрактограмма с использованием двумерного детектора от кристалла с близкими параметрами **рис. 3.16б**, при этом условия съемки были подобраны так, чтобы визуализировались смещения именно по координате x .

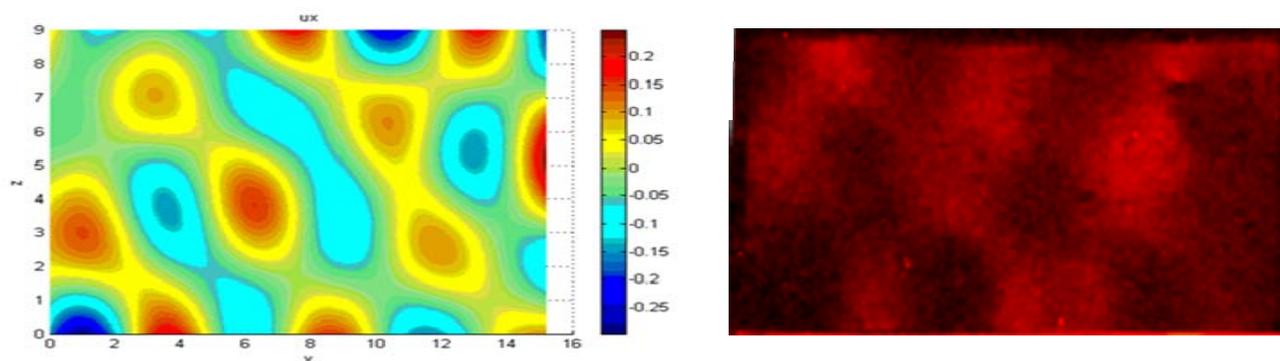


Рис. 3.16. Сравнение расчетов с экспериментальными данными. а) Рассчитанное методом конечных элементов распределение смещений кристаллической пластины Ge составного резонатора SiO_2+Ge с особыми параметрами по направлению x на поверхности кристалла yz . б) Двухкристалльная дифрактограмма кристаллической пластины Ge составного резонатора SiO_2+Ge снятая с использованием двумерного детектора в геометрии Брэгга с включенным ультразвуком

Результаты трехмерного моделирования распределения амплитуды деформации показали хорошее качественное и количественное (амплитуда колебаний, частота резонанса составного резонатора, профиль распределения деформации по длине образца) согласие с экспериментальными результатами.

Таким образом, было предложено объяснение и метод расчета получаемых неоднородностей. Исходя из этих соображений, были изготовлены

рентгеноакустические составные SiO_2+LiF , SiO_2+Si и SiO_2 , TeO_2 монокристаллические резонаторы, пригодные для проведения дальнейших исследований.

3.6. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

С учетом требований к рентгеноакустическим резонаторам были предложены подходы по созданию и тестированию таких элементов. Показано, что несмотря на кажущуюся простоту изготовления и расчетов, на практике требуется учет многих параметров. При этом установлено, что даже в случае учета большинства параметров полученные распределения не всегда соответствуют расчетным.

С помощью методов численного моделирования было показано, что установить четкие общие закономерности влияния геометрических размеров элементов резонатора на амплитуды «паразитных» смещений и однородность волнового поля по осям X и Z , не представляется возможным, поэтому установлено, что для каждого конкретного резонатора целесообразно проводить численные расчеты

Результаты трехмерного моделирования распределения амплитуды деформации показали хорошее качественное и количественное (амплитуда колебаний, частота резонанса составного резонатора, профиль распределения деформации по длине образца, однородность колебаний по другим направлениям) согласие с экспериментальными результатами.

На основании проведенных расчетов и с учетом требований по подготовке кристаллических пластинок для использования в качестве рентгеноакустических элементов были созданы и протестированы составные и монокристаллические резонаторы.

ГЛАВА IV. ОПИСАНИЕ РАЗРАБОТАННОГО РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА

4.1. ОПИСАНИЕ СОЗДАННОЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Экспериментальной основой для создания образца нового дифрактометра стал рентгеновский спектрометр ТРС-К (трехкристальный рентгеновский спектрометр производства СКБ ИК РАН). На его базе был создан экспериментальный принципиально новый дифрактометр, который представляет собой экспериментальный измерительный комплекс, позволяющий проводить исследования с помощью рентгеноакустических взаимодействий. При этом разработанный экспериментальный комплекс позволяет использовать систему возбуждения и контроля ультразвуковых колебаний в кристаллах и осуществлять измерения с использованием ультразвуковой модуляции межплоскостного расстояния Δd в кристаллах. Общий вид и основные элементы лабораторной установки показаны на **рис. 4.1**.

В состав экспериментальной установки входит оборудование необходимое для реализации предложенных методов и схем, а именно:

- 1) Блок источника излучения включает в себя рентгеновскую трубку, систему коллимации пучка, а также блок охлаждения рентгеновской трубки. Узел трубки оборудован рядом ручных подвижек рентгенооптической системы. Сама «трубка представляет собой высоковольтную электровакуумную лампу с двумя электродами: анодом и катодом»[99]. На лабораторной установке ТРС использовалась рентгеновская трубка с молибденовым анодом, энергия характеристического излучения которого $E(\text{MoK}\alpha_1) = 17.4798 \text{ кэВ}$, а длина волны 0.70932 \AA ;
- 2) Многокружный гониометр. Для точного углового и пространственного позиционирования образца и детекторов, необходимых для реализации экспериментов по рентгеновской дифракции, используется многокружный гониометр, имеющий четыре независимых оси вращения: ось вращения дер-

жателя с образцом для точной настройки углового положения поверхности исследуемого объекта относительно падающего пучка, двух осей вращения пары детекторов. Также на установке реализована возможность подстройки образца в направлении, перпендикулярном пучку и подбор угла наклона кристалла относительно плоскости падающего излучения. Кроме того, на держателе образца возможна регулировка пространственного смещения образца вдоль пучка;

- 3) Система генерации и контроля акустических колебаний. Оборудование позволяющее осуществлять возбуждение и контроль ультразвуковых колебаний в кристаллах Генератор Tektonix AGF 3022B, усилитель мощности Tabor Electronics high-voltage wideband amplifier 9200, Вольтметр Gwinstek GWT-417B, Осциллограф LeCroy WaveAce 214;
- 4) Блок регистрации рентгеновского излучения, включающий скоростной сцинтилляционный детектор Радикон SCSD-4;
- 5) Система стробоскопической регистрации сигнала, способная работать в трех режимах интегральном, стробоскопическом и времяразрешающем. В состав этого блока входят схема совпадения Ortec 412 coincidence system и Блок многоканального анализатора стоячих волн (АСВ)



Рис. 4.1. а) Общий вид разработанного рентгеноакустического дифрактометра; б) Система возбуждения ультразвука и временного анализа рентгеновского сигнала; в) Кварцевый рентгеноакустический монохроматор;

Данный измерительный комплекс позволяет проводить исследования с использованием разрабатываемой рентгеноакустической методики по предложенным двухкристальным схемам. При этом эксперименты могут вестись в трех режимах: интегральном, стробоскопическом и времяразрешающем. В интегральном режиме регистрируется суммарная интенсивность дифрагированного рентгеновского пучка по всем фазам ультразвуковых колебаний, при этом по форме и полуширине КДО можно судить об однородности колебаний и амплитуде деформации на локализованном участке кристалла. В стробоскопическом режиме регистрируется дифрагированный пучок в определенной фазе колебаний. Во времяразрешающем режиме с помощью многоканального анализатора, период ультразвукового колебания разбивается на каналы, что делает возможным регистрацию КДО за полпериода колебаний (~ 3 мкс). Реальное быстроедействие и точность ограничиваются интенсивностью рентгеновского пучка в течение таких малых интервалов времени. Использование мощных источников (например, СИ) позволит решить эту проблему.

4.1.1. Разработанный многоканальный анализатор

Для реализации предложенного метода были разработаны несколько схем регистрации дифрагированного пучка. Первоначально была использована схема стробоскопической регистрации, созданная на базе схемы совпадения Ortec 418. Принцип работы данной схемы заключался в том, что на первый канал подавался сигнал со сцинтилляционного детектора, а на второй канал синхроимпульс генератора. При этом регистрировались только импульсы, пришедшие за время подачи синхроимпульса.

С помощью генератора электрических колебаний есть возможность управления длительностью синхроимпульса и сдвигом во времени относительно электрических колебаний, подающихся на рентгеноакустический элемент. От соотношения между этими величинами зависит количество точек на регистрируемой КДО и точность измерений. Таким образом, для регистрации КДО необходимо подобрать длительность синхроимпульса и путем перемещения его по фазе колебания зарегистрировать КДО.

С помощью данной схемы существует возможность «замораживания» кристалла в определенной фазе колебания, а также с ее использованием впервые была произведена запись КДО рентгеноакустическим методом. Однако широкое использование на практике для записи времяразрешенных КДО практически невозможно, поскольку необходимо передвигать окно счета по всему периоду ультразвукового колебания и в каждой точке накапливать интенсивность.

Для практического использования предложенного метода, данная стробоскопическая система была усовершенствована. Совместно с компанией «Радикон» Создана система анализатора стоячих волн (АСВ). Система АСВ позволяла по поданному синхроимпульсу определить период ультразвукового колебания и разделить его на максимальное количество независимых каналов счета, тем самым позволяя распределять интегральную интенсивность дифрагированного исследуемым кристаллом и рентгеноакустическим анализатором рентгеновского пучка по каналам, в зависимости от фазы колебаний анализатора.

Другими словами, была измерена интенсивность дифракции при монотонном изменении межплоскостного расстояния d анализатора, при сохранении углов поворота кристаллов постоянными.

Угловое положение пиков определяется брэгговскими углами дифракции в фазе максимального растяжения $-\pi/2$ и сжатия $\pi/2$, полуширина кривой соответствует диапазону углового сканирования, достигаемого при данной мощности ультразвука при акустическом способе регистрации КДО.

4.2. РЕАЛИЗУЕМЫЕ РЕНТГЕНООПТИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

4.2.1. Рентгенооптическая схема «Источник-образец-анализатор»

Данная схема была реализована на базе трёхкристального рентгеновского спектрометра ТРС-1 [100-102]. Также данная установка может быть легко адаптирована и усовершенствованна для большого класса задач. Для реализации поставленных задач установка включала в себя ультразвуковое оборудование, позволяющее производить возбуждение и контроль ультразвуковых колебаний в кристаллах, а также усовершенствованную систему детектирования дифрагированного рентгеновского пучка. С возможностями как интегральной, так и стробоскопической записи. При проведении экспериментов использовалась двухкристальная параллельная схема дифракции рентгеновских лучей спектральной линии $MoK\alpha_1$. Использование ТРС в качестве базы для проведения экспериментов по измерению КДО с помощью рентгеноакустических взаимодействий дает большие преимущества, поскольку данная установка создавалась, в том числе для проведения прецизионной записи КДО традиционным способом, с помощью механического поворота исследуемого кристалла. Что сильно упрощает как калибровку, так и сравнение результатов, полученных традиционным и рентгеноакустическим методами. Следует отметить, что второй, главный гониометр, на котором обычно располагается образец, при минимальных доработках допускает удобное размещение рентгеноакустических узлов. Рентгенооптическая схема приведена на **рис. 4.2.**

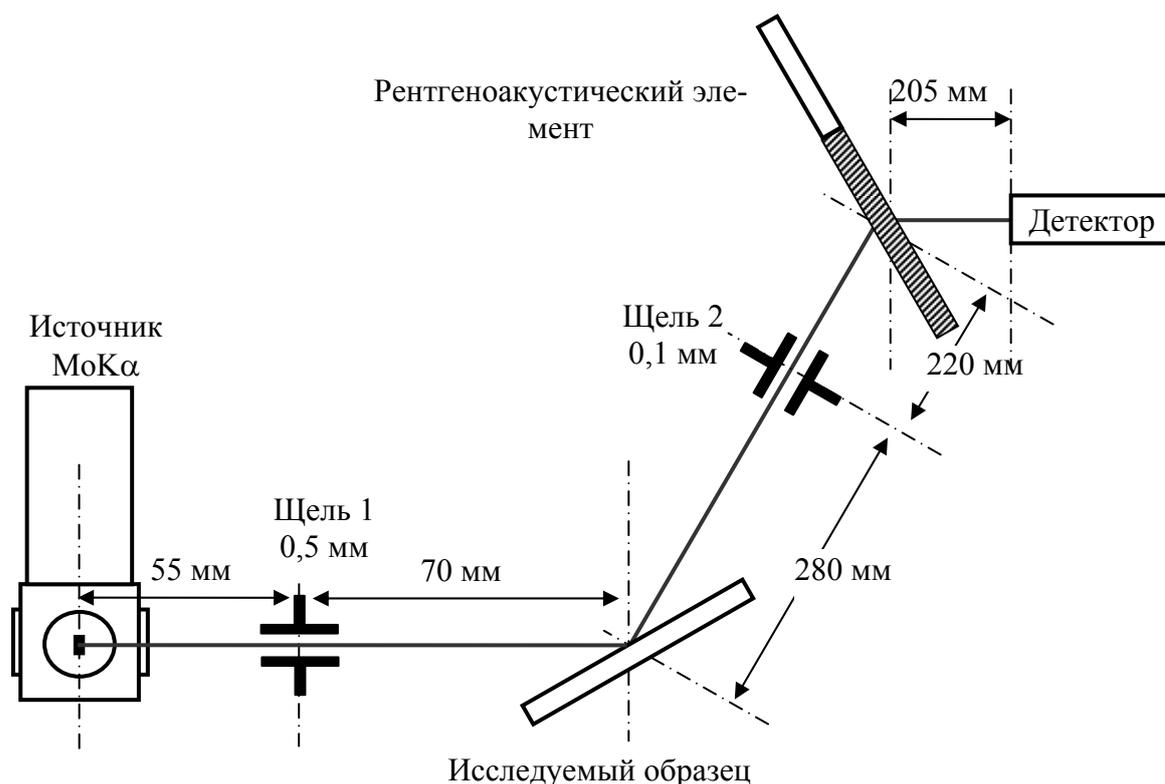


Рис. 4.2 Рентгенооптическая схема экспериментов источник-образец-анализатор, реализованная на ТРС

При этом следует отметить, что в некоторых случаях допускается изменение таких параметров, как ширины щелей 1,2, формирующих рентгеновский пучок, для проведения более локальных измерений или увеличения интенсивности дифрагированного пучка. Однако, исследованные на сегодняшний день образцы не потребовали изменения характерных размеров, приведенных на рисунке. Степень локальности при таких экспериментах определяется не только ширинами щелей, но и углом падения рентгеновского пучка на образец и анализатор. Как известно, угол Брэгга зависит от таких параметров как длина волны и межплоскостное расстояние. При этом используемые межплоскостные расстояния зависят и от материала, из которого изготовлен образец, и от порядка отражения. В настоящей работе использовались разные образцы и разные порядки отражения. В таблице 4.1 приведены параметры для набора образцов.

Таблица 4.1

Образец	Ориентация отражающих плоско-	Угол Брэгга, град.	Ширина области засветки на образ-

	стей		це, мм
1	2	3	4
Si	220	10.64	2.71
Si	440	21.68	1.35
Ge	444	25.74	1.15
Ge	220	10.21	2.82
LiF	200	10.14	2.83
TeO ₂	220	12.03	2.39

Размещенный на втором гониометре рентгеноакустический элемент выполнял роль анализатора рентгеновского пучка, отраженного от первого кристалла. Рентгеноакустический элемент закреплялся в специальном кристаллодержателе, который располагался на столике, имеющем точные подвижки в двух взаимоперпендикулярных горизонтальных направлениях и имел две оси поворота, что существенно упрощало задачу юстировки экспериментальной схемы.

В качестве рентгеноакустического элемента использовались составные или монокристаллические резонаторы. Геометрические размеры кристаллов и расчетные резонансные частоты приведены в таблице 4.2. Монокристаллический резонатор представлял собой кристаллическую пластину кварца, на половину лицевых граней которого нанесены электроды.

Таблица 4.2

Кристалл	Длина, мм	Ширина, мм	Толщина, мм	Резонансная частота, кГц
1	2	3	4	5
SiO ₂ (КП)	15.6	8.8	1.1	158
SiO ₂ (КП)	15.9	8.6	0.3	157
Si (ПК)	28	12	0.5	158
Ge (ПК)	16.5	9	0.4	159
SiO ₂ моно- литный	38.1	12	1.5	133

SiO ₂ моно- литный	38.2	12	2.5	133
----------------------------------	------	----	-----	-----

Данные рентгеноакустические анализаторы позволяли исследовать пучок, дифрагированный первым кристаллом. Причем, при наличии дефектов в засвеченной области образца параметры пучка изменялись, что вызывало изменение, в частности уширение, КДО полученной после анализатора. Таким образом, по ширине кривой качания можно судить о наличии локальных неоднородностей и об их концентрации в образце. Рентгеноакустические элементы могли использоваться как в геометрии на просвет – геометрии Лауэ, так и на отражение – геометрия Брэгга.

Используемые кристаллы, рефлекс и параметры пучка приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3

№	Кристалл	Геометрия	Рефлекс	Угол Брэгга град	Ширина области засветки на РК, мм	Длина стоячей продольной ультразвуковой волны, мм
1	2	3	4	5	6	7
1	Si	Лауэ	220	10.6	0.1	28
2	Si	Лауэ	440	21.68	0.11	28
3	Si	Брэгг	400	15.14	0.38	28
4	Ge	Лауэ	220	10.21	0.1	16.4
5	SiO ₂	Лауэ	$\bar{2}20$	9.60	0.1	38
6	SiO ₂	Брэгг	330	25.69	0.23	38

Из таблицы видно, что длина стоячей ультразвуковой волны многократно превышает ширину области засветки рентгеновского пучка, таким образом, колебания можно считать переменными во времени и однородными по рентгеновскому пучку.

Для выбора участка рентгеноакустического кристалла с однородным распределением амплитуды ультразвуковой деформации и нахождения макси-

мальной амплитуды деформации кристаллической решетки была измерена эволюция КДО при перемещении кристалла относительно рентгеновского пучка при наложении ультразвукового поля.

С помощью этих данных были определены области кристалла с максимальной амплитудой ультразвуковых колебаний, а по форме записанных кривых отражения удалось найти области с однородной по пучку деформацией. При этом следует отметить, что участки с наибольшей деформацией не всегда являются однородными по пучку, поэтому для некоторых элементов выбирались близкие к ним участки. Участки однородной деформации и полученные полуширины КДО для используемых рентгеноакустических элементов приведены в таблице 4.4

Таблица 4.4

№	Кристалл	Координата по кристаллу, мм	Полуширина кривой качания, угл.сек	Амплитуда деформации $\Delta d/d$, 10^{-4}
1	2	3	4	5
1	Si	13.5±1.1	41.5±1.5	5.35
2	Si	11.0±0.5; 16.0±0.5	32.7±1.5	1.99
3	Si	12.0±0.2	42.8±0.8	3.83
4	Ge	6.0±0.1; 10.0±0.1	61.4±0.5; 53.8±0.5	8.26
5	SiO ₂	14.0±1.0	29.9±0.3	4.28
6	SiO ₂	9.0±0.8	16.9±0.4	0.85

Данные участки кристаллов использовались в дальнейшем для записи КДО, а полученные полуширины кривых качания позволяли определить предельные диапазоны сканирования.

4.2.2. Рентгенооптическая схема «Источник-монокроматор-образец»

На **рис.4.3** представлена реализованная рентгенооптическая схема источник-монокроматор-образец, которая представляет собой двухкристальную параллельную схему высокоразрешающей дифрактометрии.

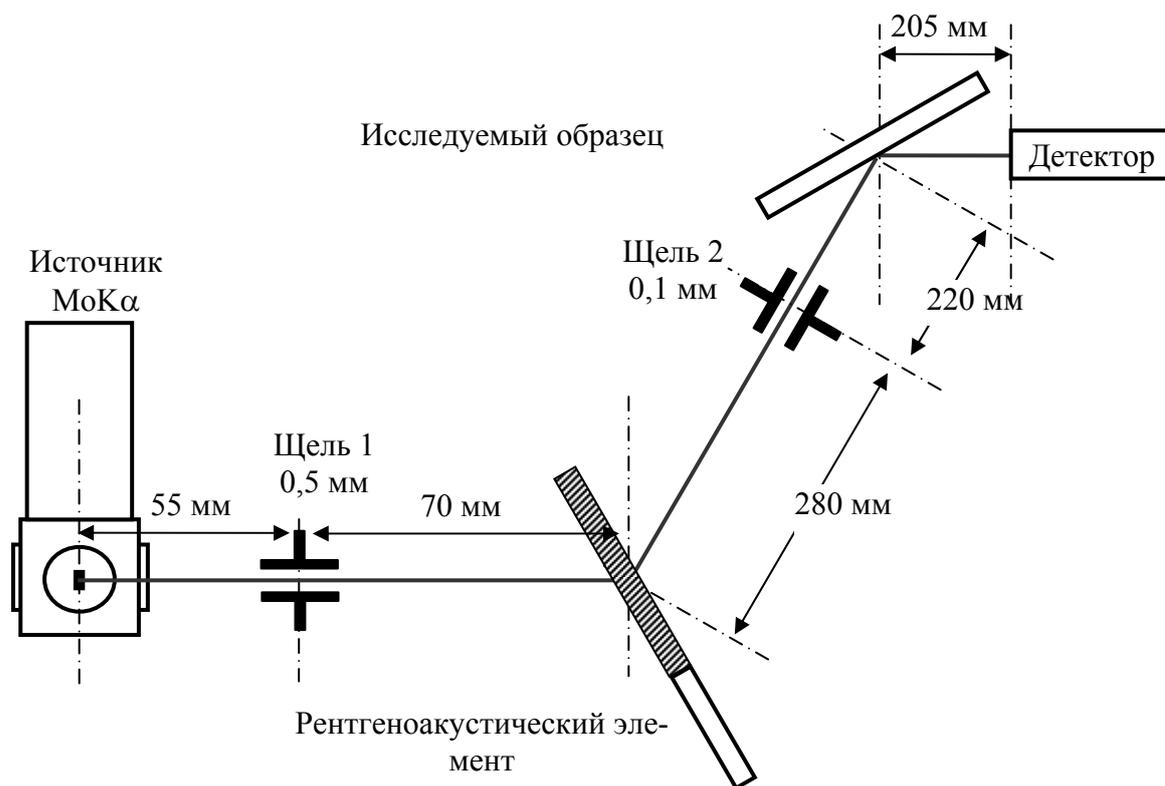


Рис. 4.3. Рентгенооптическая схема эксперимента источник-монократор-образец. Реализованная на ТРС

Указанный диапазон углов определяется угловой расходимостью источника излучения, размерами коллимирующих щелей, амплитудой и характером ультразвуковых деформаций.

Рентгеноакустический кристалл, закрепленный в специальном кристаллодержателе, размещался на первом неавтоматизированном гониометре, тем самым, выполняя роль монохроматора. Конструкцией установки ТРС предусмотрено, что монохроматор располагается в изолированном непрозрачном для ионизирующих излучений стакане диаметром 82 мм. Таким образом, монтаж рентгеноакустических узлов мог оказаться затруднен. Тем не менее, размеры используемых резонаторов и системы креплений позволили свободно разместить рентгеноакустический элемент и сохранить две взаимно перпендикулярные подвижки и одну ось поворота. Таким образом, в условиях проведения экспериментов юстировка схемы и выбор места засветки на кристалле не вызывала затруднений.

Для реализации управления рентгеновским пучком использовались составные и монолитные резонаторы описанные ранее. Область засветки выбира-

лась в соответствии с таблицей 4.4. Используемые рефлексy и параметры пучка приведены в таблице 4.5.

Таблица 4.5

Кристалл	Геометрия	Рефлекс	Угол Брэгга, град	Ширина области за-светки на рентгено-оптическом элемен-те, мм	Длина стоячей продольной ультразвуковой волны, мм
1	2	3	4	5	6
Si	Лауэ	220	10.6	0.51	28
Si	Лауэ	440	21.68	0.54	28
Ge	Лауэ	220	10.21	0.51	16.4
SiO ₂	Лауэ	$\bar{2}20$	9.60	0.51	38
SiO ₂	Брэгг	330	25.69	1.15	38

Колеблющийся рентгеноакустический элемент вызывает отклонение направления распространения пучка от точного Брэгговского положения, однако отклонение пучка на расстоянии 500 мм, соответствующем расстоянию между рентгеноакустическим элементом и кристаллом образца, не превышает 0.06 мм. Таким образом, локальность проведения измерений сохраняется. В качестве образцов может использоваться большой набор кристаллов, главным критерием для отбора является угол Брэгга; предполагаемая величина полуширины кривой качания, которая не должна превышать возможности деформации кристаллической решетки рентгеноакустического анализатора; ожидаемая интенсивность отражения, поскольку для проведения измерений рентгеноакустическим способом требуется как минимум порядка 10^3 импульсов в секунду. При этом следует отметить, что созданные рентгеноакустические элементы имели различные углы Брэгга, таким образом, почти для любого образца есть возможность подобрать соответствующий ему рентгеноакустический элемент. Также следует сказать, что некоторые рентгеноакустические элементы, в частности монолит-

ные кристаллы кварца являются очень прочными и существует реальная возможность увеличить диапазон углового сканирования, путем подачи большего напряжения без повреждения этих элементов.

4.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

Эксперименты по измерению кривых дифракционного отражения проводились с использованием разработанных и описанных в Главе 2 настоящей работы рентгенооптических схем. Для реализации записи кривых дифракционного отражения применялись два типа схем – «источник-образец-анализатор» и «источник-монохроматор-образец». В первом случае исследуемый образец устанавливался после источника, в позиции монохроматора, и измерения КДО осуществлялись с помощью рентгеноакустического элемента, установленного в позиции анализатора. Во втором случае рентгеноакустический элемент устанавливался после источника и служил рентгеноакустическим монохроматором, обеспечивающим управление параметрами рентгеновского пучка до того, как пучок падает на исследуемый образец. Исследуемый образец позиционировался после рентгеноакустического монохроматора, как в стандартной двухкристальной схеме рентгеновской дифрактометрии. Исследуемые образцы представляли собой кристаллические пластины заданной ориентации.

Источником рентгеновского излучения служила рентгеновская трубка с молибденовым анодом и использовалась характеристическая линия $MoK_{\alpha 1}$. Установка для проведения экспериментов была создана на базе трехкристального рентгеновского спектрометра ТРС, а также оснащена специальными узлами для установки рентгеноакустических элементов, системой возбуждения и контроля ультразвуковых колебаний, стробоскопической регистрации интенсивности и многоканальным временным анализатором стоячей волны (АСВ). Общая схема экспериментальной установки была такая же, как при проведении предварительных измерений кривых дифракционного отражения с использованием рентгеноакустических элементов.

На **рис. 4.4** представлены кривые дифракционного отражения Ge (444) измеренные рентгеноакустическим способом в различных точках исследуемого образца.

Метод записи КДО с помощью рентгеноакустического элемента и способ перевода фазовой шкалы в угловую подробно описан в главе 2 настоящей диссертации. Система АСВ позволяла по поданному синхроимпульсу определить период ультразвукового колебания и разделить его на максимальное количество независимых каналов счета, тем самым позволяя распределять интегральную интенсивность дифрагированного исследуемым кристаллом и рентгеноакустическим анализатором рентгеновского пучка по каналам, в зависимости от фазы колебаний анализатора (**рис. 4.4 б**). Другими словами, система АСВ позволяла измерять интенсивность дифракции при монотонном изменении межплоскостного расстояния d анализатора, при сохранении углов поворота кристаллов постоянными. При этом измерения проводились за полный период колебаний, то есть вся фазовая шкала, по которой проводилась запись, составляла полный период колебаний – 360° . Таким образом, с помощью системы АСВ кривая качания записывалась два раза: один раз при возрастании межплоскостного расстояния, другой раз при уменьшении. Поэтому, КДО измеренная с помощью системы АСВ представляла собой два практически одинаковых дифракционных пика, находящихся на расстоянии 180° друг от друга, записанных в шкале фазовой развертки (см. **рис. 4.5а**). Для контроля качества кристаллов измерения проводились в нескольких точках по длине кристалла (**рис. 4.5б**), затем из двух пиков выбирался один и эти дифракционные пики, КДО, сравнивались между собой. Измерения КДО проводились с использованием рентгенооптической схемы источник-образец-анализатор, которая представляла собой двухкристальную ($n, -n$) схему высокоразрешающей дифрактометрии.

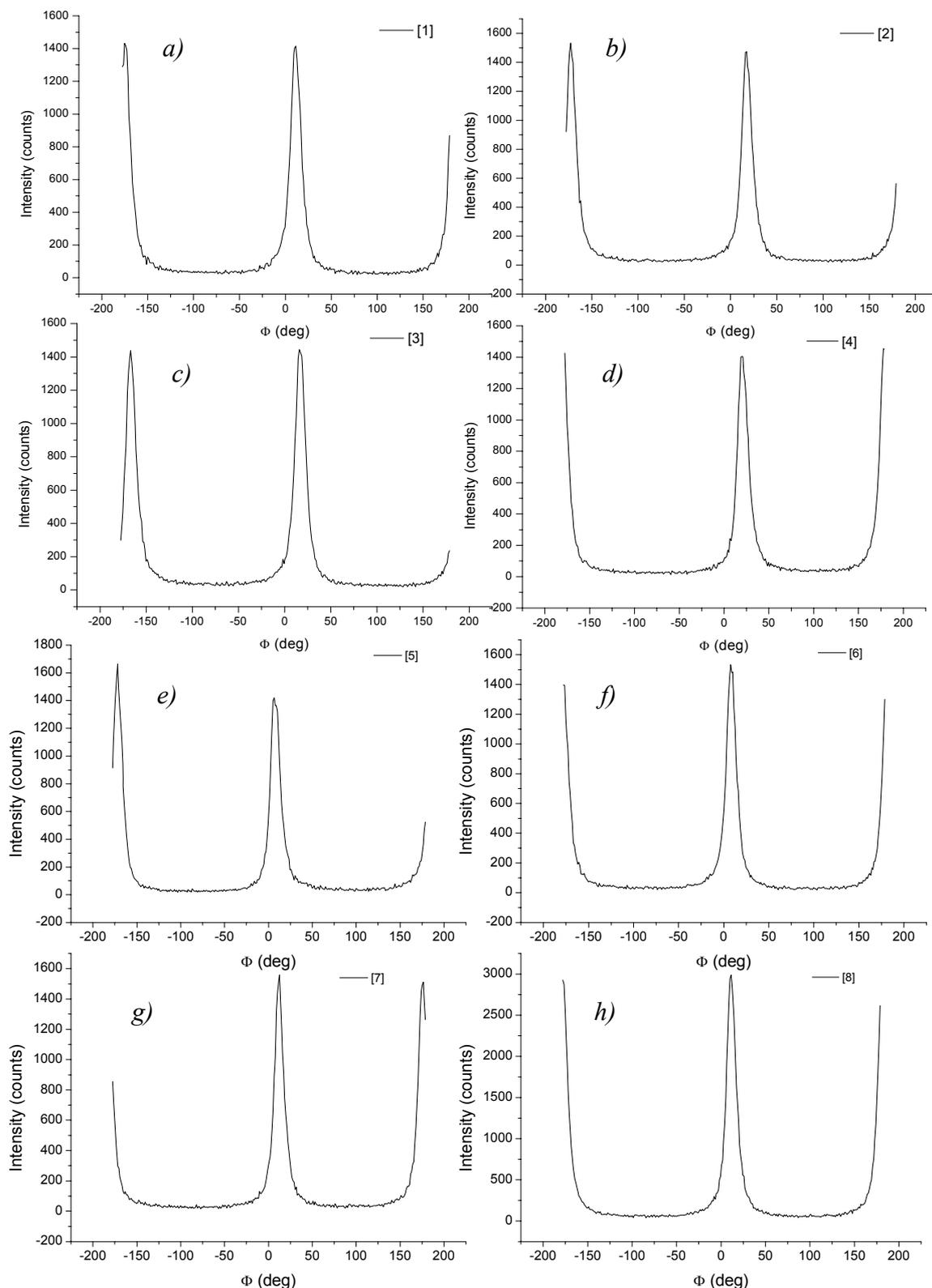


Рис. 4.4.а Экспериментальные КДО исследуемого кристалла Ge, рефлекс (444), в шкале фазовой развертки (Φ) за полный период ультразвуковых колебаний рентгеноакустического элемента. Представлены КДО, измеренные в схеме «источник-образец-анализатор» в геометрии Брэгга в восьми точках (a) – (h) по длине кристалла. Рентгеноакустический элемент [SiO₂ (110)#1] – монолитный кварцевый резонатор.

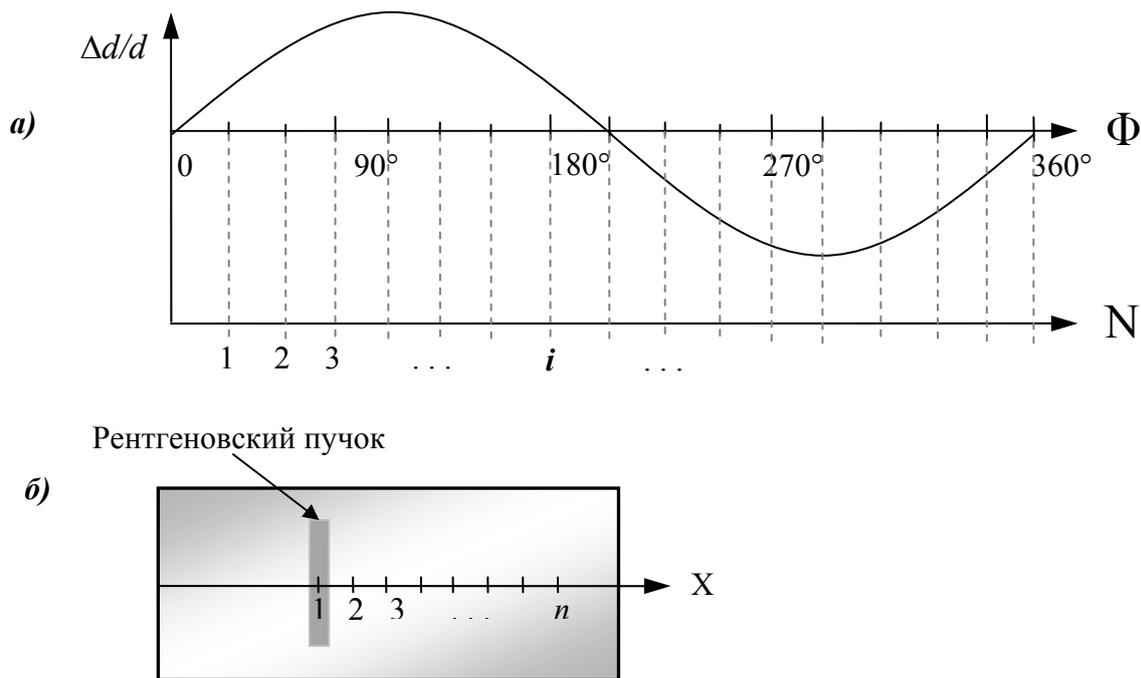


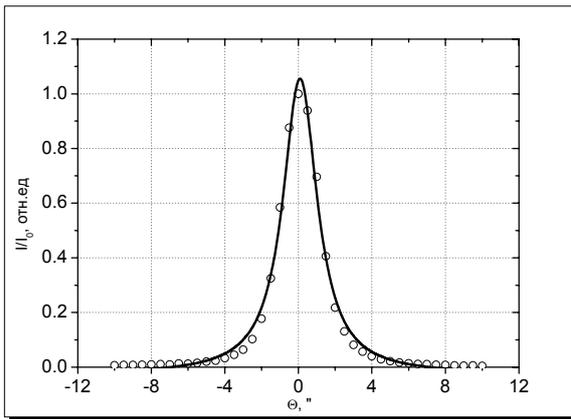
Рис. 4.5.а– Временное распределение амплитуды деформаций параметра решетки ($\Delta d/d$) в шкале фазовой развертки (Φ) за полный период (360°) ультразвуковых колебаний рентгеноакустического элемента. Показано разбиение фазовой шкалы (периода колебаний) по каналам (N) системы анализатора АСВ. **б)** – Положение рентгеновского пучка в различных точках по длине (X) исследуемой кристаллической пластины.

В качестве анализатора использовались рентгеноакустические элементы $[\text{SiO}_2 (110)\#1]$ и $[\text{SiO}_2 (110)\#2]$ – монолитные кварцевые рентгеноакустические резонаторы. Рентгеноакустический элемент устанавливался в геометрии дифракции по Брэггу и использовался симметричный рефлекс (330). В качестве исследуемого образца использовался кристалл германия, установленный также в брэгговской геометрии, и симметричный рефлекс (444). Углы Брэгга рефлексов SiO_2 (330) и Ge (444) близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионное рассеяния рентгеновских лучей при проведении измерений. Рентгеноакустический элемент возбуждался на резонансной частоте $f_p = 132.89 \text{ kHz}$.

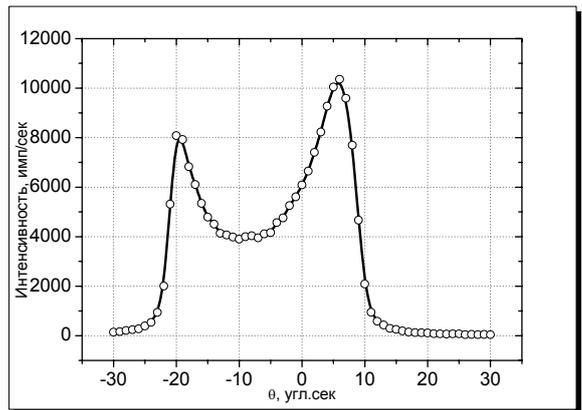
4.4. ПРОВЕДЕНИЕ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ И ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Измерения КДО проводились с использованием рентгенооптической схемы источник-образец-анализатор, которая представляла собой двухкристальную ($n, -n$) схему высокоразрешающей дифрактометрии. В качестве анализатора использовался рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2 (110)\#1]$. Рентгеноакустический элемент устанавливался в геометрии дифракции по Лауэ и использовался симметричный рефлекс $(\bar{2}20)$. В качестве исследуемого образца использовался кристалл кремния, установленный в брэгговской геометрии симметричный рефлекс (220) . Углы Брэгга рефлексов $\text{SiO}_2 (\bar{2}20)$ и $\text{Si} (220)$ близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионное рассеяния рентгеновских лучей при проведении измерений. Вначале проводились измерения традиционным методом, с помощью вращения рентгеноакустического элемента около точного брэгговского положения (**рис.4.6.а**), что позволяло просканировать всю область отражения исследуемого кристалла. Затем рентгеноакустический элемент возбуждался на резонансной частоте $f_p = 132.89 \text{ kHz}$ и проводилось измерение уширения КДО в интегральном режиме записи (**рис.4.6.б**). После чего рентгеноакустический анализатор устанавливался в положение точного брэгговского отражения в фазе соответствующей невозбужденному состоянию, и проводилось измерение рентгеноакустическим методом, без использования механических подвижек кристаллов (**рис.4.6.в**). Затем в соответствии с интегральной КДО производился пересчет фазы ультразвукового колебания, и КДО записывалась в новых координатах по оси абсцисс, соответствующих угловой шкале, которая использовалась в традиционном эксперименте. КДО, полученная новым способом показана на **рис.4.6.г**.

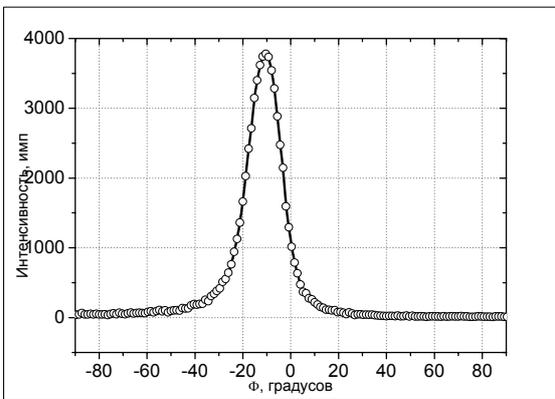
а)



б)



в)



г)

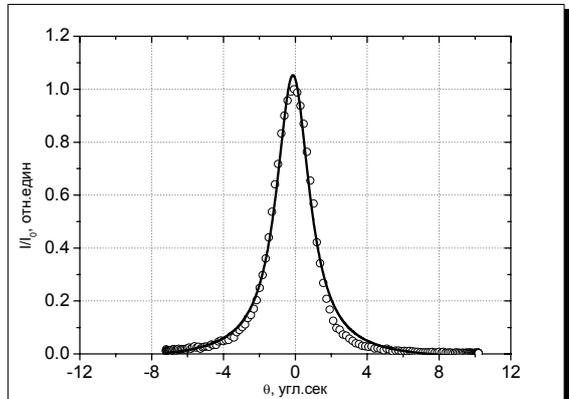


Рис.4.6 КДО исследуемого образца кристалла германия, рефлекс $Si(220)$, полученная в схеме «источник-образец-анализатор» образец в геометрии Брэгга, а рентгеноакустический элемент в положении дифракции по Лауэ рефлекс $SiO_2(\bar{2}20)$. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) - традиционный метод рентгеноакустический анализатор колеблется на резонансной частоте, интенсивность записывается в интегральном режиме; (в) – измерение рентгеноакустическим способом, КДО записана в шкале фазовой развертки (Φ); (г) – Та же кривая, но по оси абсцисс отложены координаты соответствующие повороту кристалла, аналогичные шкале (а). Аппроксимация экспериментальной зависимостей (а) и (г) проводилась с использованием лоренцевой модели. Рентгеноакустический элемент $[SiO_2(110)\#1]$ – монолитный кварцевый резонатор, резонансная частота $f_{p1} = 132.89$ kHz

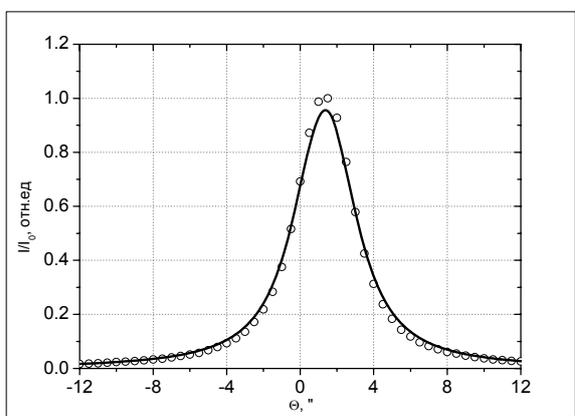
Кривая, измеренная рентгеноакустическим способом, хорошо соответствует кривой, полученной с помощью традиционного метода. Основным параметром – значение ширины на полувысоте КДО для традиционного способа 2.23 ± 0.07 , для рентгеноакустического 2.20 ± 0.07 .

В той же схеме источник-образец-анализатор были проведены еще две серии экспериментов, но с другим набором элементов. В качестве анализатора

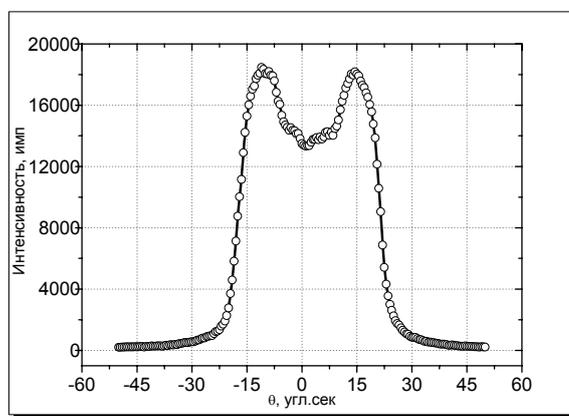
использовался составной рентгеноакустический резонатор $[\text{SiO}_2+\text{Si}(100)]$. Составной резонатор возбуждался на резонансной частоте $f_p = 160.00 \text{ kHz}$. Рентгеноакустический элемент устанавливался в геометрии дифракции по Лауэ и использовался симметричный рефлекс $\text{Si}(220)$.

В позиции исследуемого образца, перед рентгеноакустическим анализатором, в первой серии экспериментов находился кристалл Si рефлекс 220, что обеспечивало бездисперсионную схему рассеяния рентгеновских лучей. На рис.4.7а-4.7г приведены результаты измерения КДО традиционным и рентгеноакустическими методами.

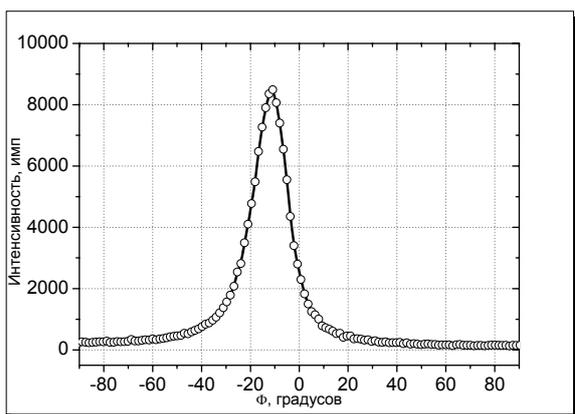
а)



б)



в)



г)

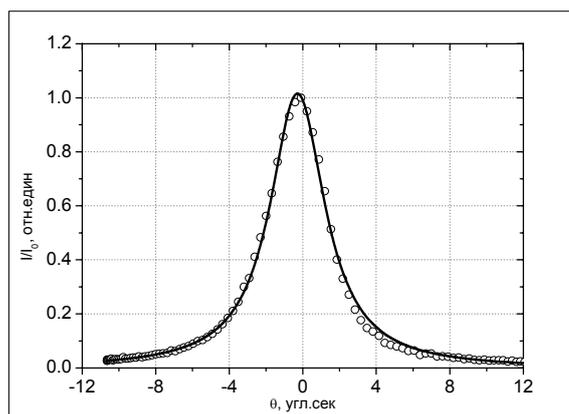


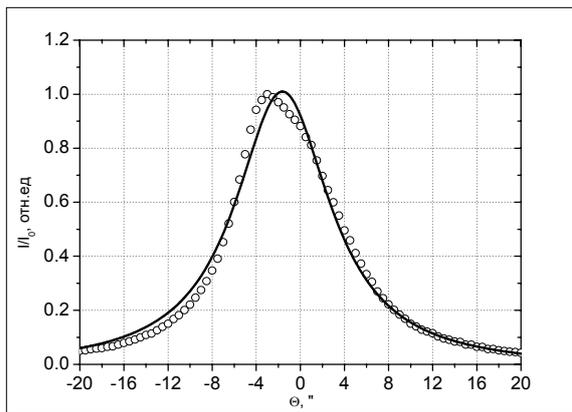
Рис.4.7 КДО исследуемого образца кристалла кремния, рефлекс $\text{Si}(220)$, полученная в схеме «источник-образец-анализатор», при этом образец находился в геометрии Брэгга, а анализатор в геометрии Лауэ. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) - традиционный метод рентгеноакустический анализатор колеблется на резонансной частоте, интенсивность записывается в интегральном режиме; (в) – измерение рентгеноакустическим способом, КДО записана в шкале фазовой развертки (Φ); (г) – Та же кривая, но по оси абсцисс отложены координаты соответствующие повороту кристалла, аналогичные шкале (а). Аппроксимация экспериментальной зависимостей (а) и (г) проводилась с использованием лоренцевой модели. Рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2+\text{Si}(100)]$ – составной резонатор

натор, резонансная частота $f_{p1} = 160.00 \text{ kHz}$

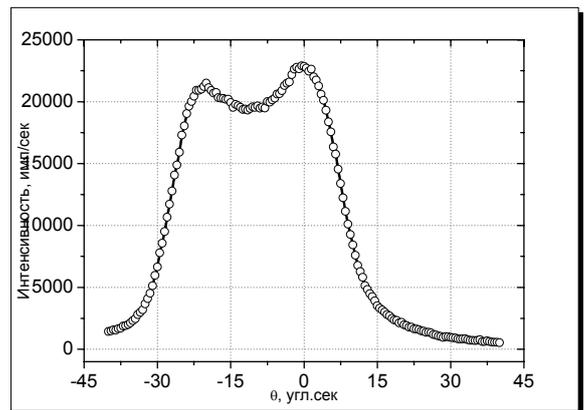
Кривая, измеренная рентгеноакустическим способом, хорошо соответствует кривой, полученной с помощью традиционного метода. Основным параметром – значение ширины на полувысоте КДО для традиционного способа 3.55 ± 0.06 , для рентгеноакустического 3.60 ± 0.05 .

Во второй серии экспериментов, в позиции исследуемого образца, перед рентгеноакустическим анализатором, находился кристалл фторида лития, установленный в брэгговской геометрии, и использовался симметричный рефлекс (200). Углы Брэгга рефлексов Si (220) и LiF (200) близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионность схемы дифракции. На **рис.4.8.а-4.8.г** приведены результаты измерения КДО традиционным и рентгеноакустическими методами.

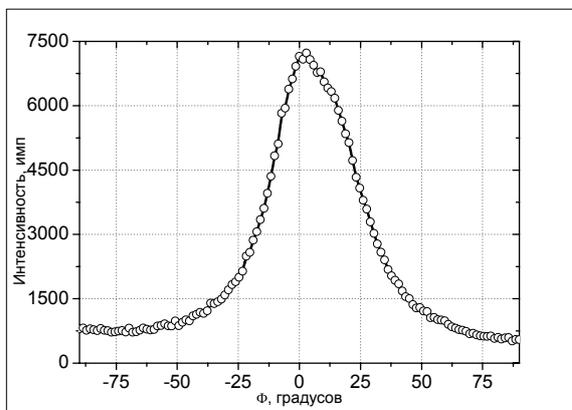
а)



б)



в)



г)

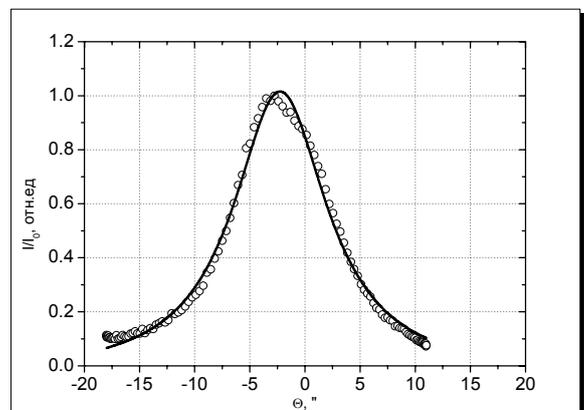


Рис.4.8 КДО исследуемого образца кристалла фторида лития, рефлекс LiF (200), полученная в схеме «источник-образец-анализатор», при этом образец находился в геометрии Брэгга, а анализатор в геометрии Лауэ. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) -

традиционный метод рентгеноакустический анализатор колеблется на резонансной частоте, интенсивность записывается в интегральном режиме; (в) – измерение рентгеноакустическим способом, КДО записана в шкале фазовой развертки (Φ); (г) – Та же кривая, но по оси абсцисс отложены координаты соответствующие повороту кристалла, аналогичные шкале (а). Аппроксимация экспериментальной зависимостей (а) и (г) проводилась с использованием лоренцевой модели. Рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2+\text{Si}(100)]$ – составной резонатор, резонансная частота $f_{p1} = 160.00 \text{ kHz}$

Кривая, измеренная рентгеноакустическим способом, хорошо соответствует кривой, полученной с помощью традиционного метода. Основной параметр – значение ширины на полувысоте КДО для традиционного способа 10.37 ± 0.08 , для рентгеноакустического 10.36 ± 0.09 .

В дальнейшем также была реализована другая рентгенооптическая схема измерения КДО «источник-монохроматор-образец». Как и в предыдущем случае, схема представляла собой двухкристальную (n, -n) схему рентгеновской дифрактометрии. В качестве монохроматора использовался рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2+\text{Si}(100)]$, представляющий из себя составной рентгеноакустический резонатор, где в качестве кристалла пьезоэлектрика (КП) использовался кварц SiO_2 , а в качестве рентгенооптического (РК) кристалл кремния $\text{Si}(110)$. Длины кристаллов выбирались исходя из совпадения частот резонанса. Данный составной резонатор возбуждался на резонансной частоте $f_p = 159.93 \text{ kHz}$. Рентгеноакустический элемент использовался в качестве монохроматора и был установлен перед исследуемым образцом в геометрии дифракции Лауэ, при этом использовался симметричный рефлекс (440). В качестве исследуемого образца использовался кристалл кремния, который был установлен в геометрии Брэгга, и при этом также использовался симметричный рефлекс (440). Поскольку и в рентгеноакустическом элементе, и в исследуемом образце использовались одинаковые рефлексы (440) кремния, в данной схеме дифракции реализовывалось бездисперсионное рассеяние рентгеновских лучей. Результаты сравнительных испытаний приведены на **рис 4.9**.

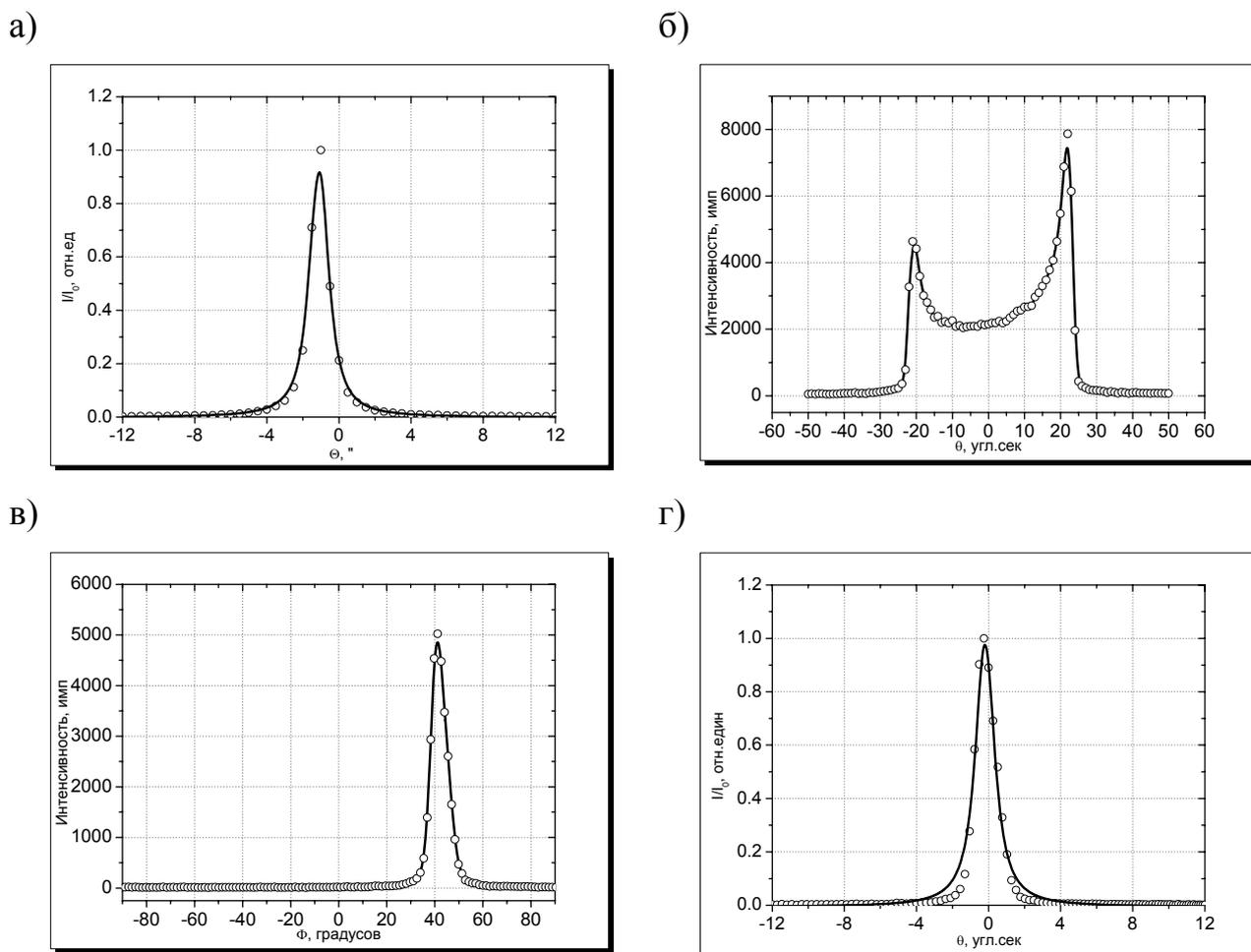


Рис.4.9 КДО исследуемого образца кристалла кремния, рефлекс Si (440), полученная в схеме «источник-монохроматор-образец», при этом монохроматор находился в геометрии Лауэ, а образец в геометрии Брэгга. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) - традиционный метод рентгеноакустический анализатор колеблется на резонансной частоте, интенсивность записывается в интегральном режиме; (в) – измерение рентгеноакустическим способом, КДО записана в шкале фазовой развертки (Φ); (г) – Та же кривая, но по оси абсцисс отложены координаты соответствующие повороту кристалла, аналогичные шкале (а). Аппроксимация экспериментальной зависимости (а) и (г) проводилась с использованием лоренцевой модели. Рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2 (110)\#1]$ – составной резонатор, резонансная частота $f_{p1} = 159.93 \text{ kHz}$

Кривая, измеренная рентгеноакустическим способом, хорошо соответствует кривой, полученной с помощью традиционного метода. Основным параметром – значение ширины на полувысоте КДО для традиционного способа 1.08 ± 0.06 , для рентгеноакустического 1.14 ± 0.04 .

Измерения КДО проводились с использованием рентгенооптической схемы источник-монохроматор-образец. Как и в предыдущем случае, схема представляла собой двухкристальную (n, -n) схему рентгеновской дифрактометрии.

Рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2 (110) \#2]$ использовался в качестве монохроматора и устанавливался перед исследуемым образцом. Рентгеноакустический монохроматор устанавливался в брэгговской геометрии дифракции, соответственно симметричному рефлексу (330). Исследуемый образец, кристалл германия, устанавливался также в брэгговской геометрии, соответственно симметричному рефлексу (444). Углы Брэгга рефлексов $\text{SiO}_2 (330)$ и $\text{Ge} (444)$ близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионность схемы дифракции. На рис.4.10.а-4.10.г приведены результаты измерения КДО традиционным и рентгеноакустическими методами.

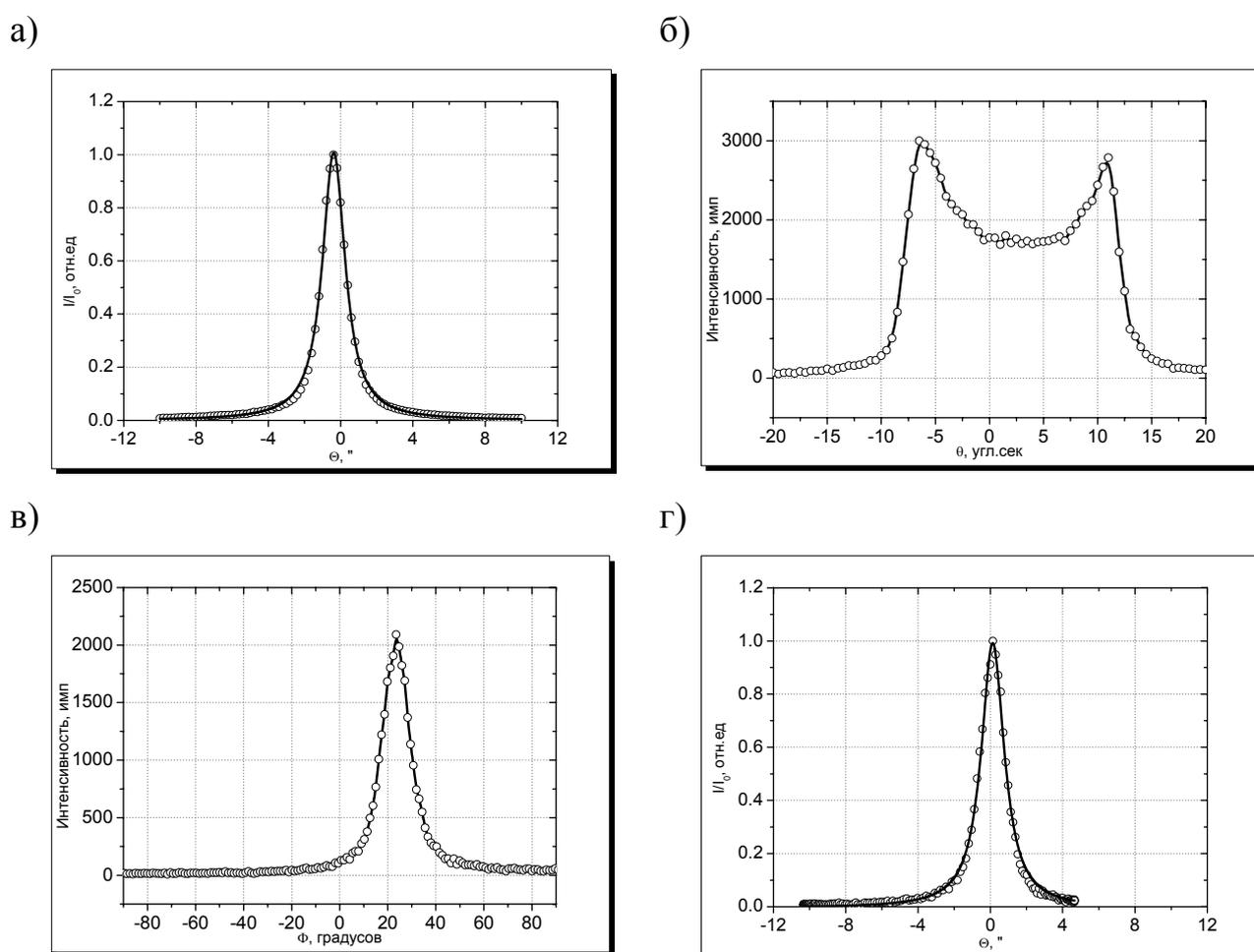


Рис.4.10 КДО исследуемого образца кристалла германия, рефлекс $\text{Ge} (444)$, полученная в схеме «источник-монохроматор-образец» в геометрии Брэгга. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) - традиционный метод рентгеноакустический анализатор колеблется на резонансной частоте, интенсивность записывается в интегральном режиме; (в) – измерение рентгеноакустическим способом, КДО записана в шкале фазовой развертки (Φ); (г) – Та же кривая, но по оси абсцисс отложены координаты соответствующие повороту кристалла, аналогичные шкале (а). Аппроксимация экспериментальной зависимостей (а) и (г) проводилась с использованием лоренцевой модели. Рентгеноакустический элемент $[\text{SiO}_2 (110)\#1]$ – монолитный кварцевый резонатор, резонансная частота $f_{p1} = 132.89 \text{ kHz}$

Кривая, измеренная рентгеноакустическим способом, хорошо соответствует кривой, полученной с помощью традиционного метода. Основным параметром – значение ширины на полувысоте пика КДО для традиционного способа 1.47 ± 0.06 , для рентгеноакустического 1.52 ± 0.04 .

Следует отметить, что точность ультразвукового метода определяется такими параметрами как стабильность генератора и быстродействие регистрирующей аппаратуры, а в некоторых случаях интенсивность и время измерения. В то же время, точность традиционного метода определяется механическими параметрами установки, возможностями шаговых двигателей и регистрирующей аппаратурой. Наличие систем точного положения гониометра улучшает точность измерений, однако, точный последовательный поворот на сверхмалые углы трудноосуществим и требует большего времени на измерение, а точный поворот систем на большие углы с малым шагом существенно увеличивает время измерений. В то же время при ультразвуковом способе регистрации количество точек на пике КДО, а следовательно и точность, определяется количеством независимых каналов счета, которое в свою очередь определяется резонансной частотой рентгеноакустического элемента и возможностями регистрирующей аппаратуры. Диапазон углового сканирования, при прочих равных, зависит от амплитуды поданного на рентгеноакустический элемент возбуждающего сигнала. Таким образом, при измерении кристаллов с малой шириной КДО точность ультразвукового метода вырастает при уменьшении амплитуды сигнала, при этом время эксперимента не увеличивается.

Однако при проведении сравнительных испытаний для сопоставления полученных результатов применялся алгоритм перевода шкалы фазовой развертки в соответствующую шкалу поворота, в котором использовались калибровочные КДО, полученные с помощью механического дифрактометра. Следовательно, более высокая точность предлагаемого метода терялась при переходе к традиционным координатам. В то же время, КДО, полученные ультразвуковым способом, и без соответствующего пересчета содержат информацию о дефект-

ной структуре кристаллов и могут использоваться при проведении прецизионного анализа образцов, с высоким временным разрешением.

Результаты проведенных тестовых экспериментов приведены в таблице 4.6

Таблица 4.6

Рентгено-оптическая схема	Рентгеноакустический элемент			Исследуемый кристалл			Полуширина КДО механический способ угл.сек	Полуширина КДО ультразвуковой способ угл.сек
	кристалл	рефлекс	Угол Брэгга, град	кристалл	рефлекс	Угол Брэгга, град		
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Источник-образец-анализатор	SiO ₂ (110) монолитный	Лауэ ($\bar{2}$ 20)	9.60	Si (110)	Брэгг (220)	10.64	2.23±0.08	2.20±0.08
	SiO ₂ +Si (100)	Лауэ (220)	10.64	Si (110)	Брэгг (220)	10.64	3.55±0.08	3.60±0.08
	SiO ₂ +Si (100)	Лауэ (220)	10.64	LiF (100)	Брэгг (200)	10.14	10.37±0.08	10.36±0.08
Источник-монокроматор-образец	SiO ₂ +Si (100)	Лауэ (440)	21.68	Si (110)	Брэгг (440)	21.68	1.08±0.08	1.14±0.08
	SiO ₂ (110) монолитный	Брэгг (330)	25.69	Ge (111)	Брэгг (444)	25.74	1.47±0.08	1.52±0.08

Кривые качания, измеренные с помощью ультразвуковой развертки, по форме и полуширине хорошо соответствуют кривым качания, полученным при использовании механического способа измерения.

Показана возможность реализации высокой точности измерений в условиях немеханической развертки. При этом, установлено, что рентгеноакустические элементы обладают высокой стабильностью, так как эксперименты иногда проводились достаточно длительное время (несколько часов) за которое никаких изменений параметров не наблюдалось.

4.5. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4.

В настоящей работе предложен, создан и протестирован новый прибор, позволяющий проводить исследования структурного совершенства кристаллических материалов с высоким временным разрешением (до 10^{-3} - 10^{-5} с), высоким угловым разрешением (до 0.01 угл.сек.) в широком регулируемом диапазоне (600 угл.сек.), основанный на ранее не используемых подходах. Стоит также отметить, что данные характеристики могут быть улучшены за счет использования более мощных источников излучения и усовершенствованной системы регистрации дифрагированного рентгеновского пучка.

В результате сравнительных испытаний предложенного (рентгеноакустического) и традиционного метода регистрации кривых дифракционного отражения установлено, что по основным параметрам разработанный прибор не уступает или превосходит традиционные рентгеновские дифрактометры. КДО, измеренные с помощью ультразвуковой развертки, по форме и полуширине хорошо соответствуют КДО, полученным при использовании механического способа измерения. Типичное время записи КДО с помощью РА методики при проведении тестовых экспериментов не превышало 5 секунд и могло быть легко уменьшено с незначительными потерями в точности измерений, в то же время получение аналогичных кривых качания механическим способом с соответствующей точностью требует не менее 100 секунд.

Проведенные экспериментальные работы по измерению кривых дифракционного отражения с помощью рентгеноакустических элементов показали:

1. Работоспособность обеих предложенных схем для немеханического снятия КДО;
2. Практичность и удобство работы при использовании немеханической развертки для регистрации кривых дифракционного отражения.
3. Возможность реализации высокой точности измерений в условиях немеханической развертки.

ГЛАВА V. ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ, КВАРЦА, ФТОРИДА ЛИТИЯ И ПАРАТЕЛЛУРИТА

5.1. ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОГО МЕТОДА ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ АМПЛИТУД УЛЬТРАЗВУКА

В отличие от традиционных, используемых на протяжении многих десятков лет методов снятия КДО с механической разверткой в настоящей работе был развит рентгеноакустический способ регистрации КДО с помощью ультразвуковой модуляции параметров решетки. Для реализации этого способа разработаны две новые рентгенооптические схемы. В первом случае, рентгенооптическая схема для реализации управления характеристиками рентгеновского пучка источник-монохроматор-образец представляет собой двухкристальную параллельную схему высокоразрешающей дифрактометрии, в которой образцом и одновременно анализатором является специальный рентгеноакустический элемент - рентгеноакустический резонатор. Во втором случае, используется рентгенооптическая схема источник-рентгеноакустический монохроматор-образец. При этом в обеих схемах регистрация интенсивности и углового распределения дифрагированного пучка осуществляется при ультразвуковой модуляции параметров решетки рентгеноакустического элемента.

Важной особенностью предлагаемого метода является возможность регистрации КДО за время полпериода ультразвукового колебания. Однако на практике достичь такого временного разрешения не позволяет недостаточная интенсивность дифрагированного пучка, поскольку эксперименты до настоящего времени проводятся с использованием лабораторного источника излучения. Использование СИ позволит решить эту проблему, тем не менее, достигнутое на сегодняшний день временное разрешение (100 мс.) на несколько порядков превосходит существующие традиционные методики.

Кроме того, разработанная система временного многоканального анализатора позволяет производить покадровую съемку с частотой кадров вплоть до 10 кадров в секунду, что позволяет исследовать изменение дефектной структуры кристаллов в режиме «рентгеновского кино» по изменению КДО.

Предложенный метод был успешно применен для исследования эволюции рентгенодифракционных характеристик кристаллов в широком диапазоне амплитуд. При этом анализировались как остаточные явления в кристаллах, так и динамическое изменение параметров. Такие исследования позволяют, во-первых, понять какие кристаллы и до каких предельных амплитуд можно использовать в качестве элементов рентгеноакустической оптики для управления рентгеновским пучком. Во-вторых, наблюдение эволюции рентгенодифракционных характеристик в зависимости от амплитуды механических колебаний - это новые научные данные, способствующие пониманию динамики дефектообразования в кристаллах.

Для проведения экспериментов использовалась, параллельная схема двухкристальной дифрактометрии показанная на **рис. 3.6**, а в качестве образцов были выбраны кристаллы, описанные в главе 3. Рентгеноакустические элементы располагались на втором гониометре и использовались в качестве образцов-анализаторов (**рис. 5.1**). При этом с помощью линейной подвижки, как правило, выбирались участки с максимальным уширением КДО, как наиболее вибронагруженные.

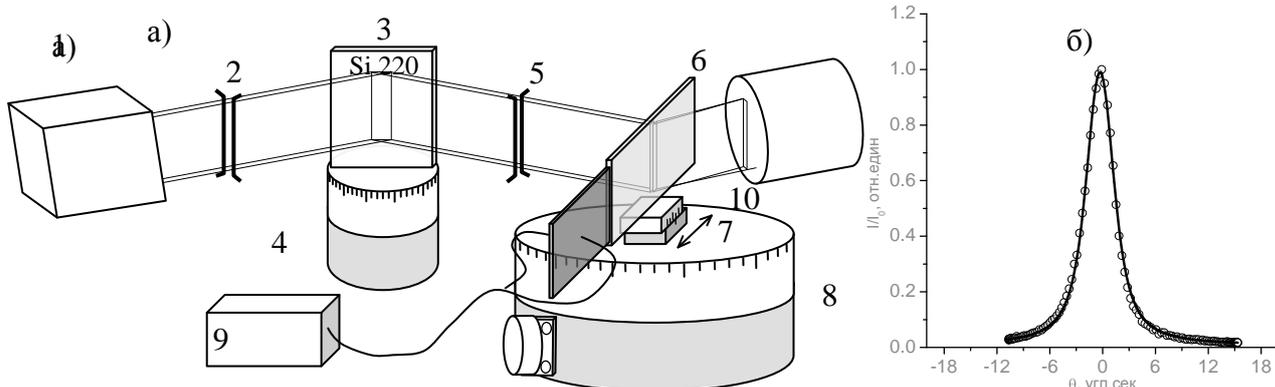


Рис. 5.1. а) Рентгенооптическая схема источник-монокроматор-анализатор для реализации способа регистрации КДО с ультразвуковой разверткой. Основные элементы: 1- Источник рентгеновского излучения, 2- щель 1, 3- монокроматор кремний, 4- гониометр монокроматора, 5- щель 2, 6- рентгеноакустический резонатор, закрепленный в специальном кристаллодержателе, расположенный в геометрии Лауэ, 7- механическая подвижка, позволяющая проводить линейное сканирование образца, 8- главный гониометр, 9- система возбуждения и контроля ультразвука, 10- сцинтилляционный детектор NaI. б) пример зарегистрированной КДО от модельного кристалла кремния

При приложении достаточно большого ультразвукового поля, в условиях возбуждения резонатора на резонансной частоте, в рентгеноакустическом элементе могут происходить существенные деформации, превышающие предел прочности рентгенооптического кристалла. Подобная деформация вызывает изменения в структуре рентгенооптического элемента, которые могут быть зарегистрированы по изменению формы и полуширины дифракционного пика с высоким разрешением по времени.

5.2. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ

Ультразвуковые колебания в кристаллах **кремния** возбуждались в схеме составного резонатора кварц-кремний $\text{SiO}_2 + \text{Si}$. Исследование динамики развития дефектной структуры проводилось в широком диапазоне ультразвуковых амплитуд. Сложность эксперимента состоит в том, что согласно стандартным «стресс-страйн» измерениям кремний при комнатной температуре разрушается без стадии пластической деформации, что и было подтверждено результатами эксперимента с постепенным возрастанием амплитуды переменного электрического сигнала. Исследуемые кристаллы кремния были введены в акустический контакт с кристаллами-преобразователями кварца и

были исследованы на рентгеноакустическом дифрактометре, при этом использовалась бездисперсионная схема высокоразрешающей дифракции, в которой образец располагался в геометрии дифракции по Лауэ (на просвет). До определенного момента происходит линейный рост полуширины от мощности ультразвукового воздействия, затем при достижении критического значения амплитуды деформации кристалл ломается.

Зарегистрированные зависимости полуширины КДО от мощности ультразвука, записанные в интегральном режиме, а также в фазах максимального растяжения и сжатия в стробоскопическом режиме показаны на **рис. 5.2**.

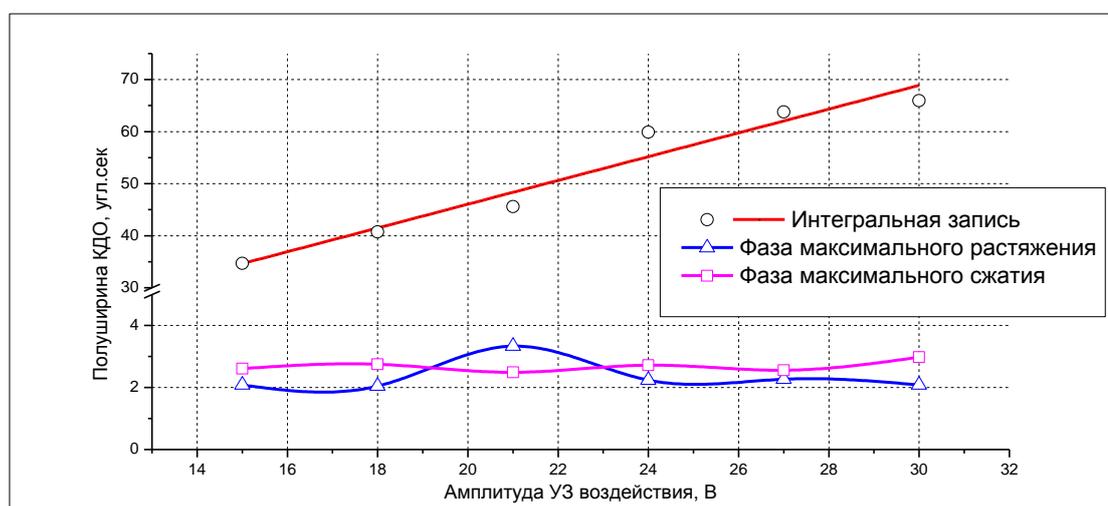


Рис. 5.2. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для рентгенооптического кристалла кремния в составном резонаторе $SiO_2+Si(220)$ Лауэ, (красная линия – интегральный по времени режим, синяя и фиолетовая линии запись в фазах максимального растяжения и сжатия соответственно)

Из **рис. 5.2** видно, что реальные (мгновенные) кривые качания не меняют свою полуширину во всем используемом диапазоне ультразвуковых амплитуд вплоть до начала разрушения кристалла, которое наблюдалось при амплитудах деформаций $\sim 0.002\text{Å}$. При этом использование развиваемого метода позволило оценить, что процесс разрушения занимает временной интервал менее 100 миллисекунд. Данное ограничение, как было указано выше, связано с недостаточной интенсивностью рентгеновского пучка, поэтому

представляется целесообразным провести эксперимент на синхротронном источнике излучения.

Исследования кристаллов кремния с помощью времяразрешающего рентгеноакустического метода регистрации КДО показало, что диапазон углового сканирования линейно возрастает с амплитудой колебаний.

5.3. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ КВАРЦА

Результаты, полученные в экспериментах монолитных резонаторов кварца рефлекс $\text{SiO}_2(220)$ геометрия Лауэ, схожи с кремнием (интегральный режим записи показан на **рис. 5.3.**), однако диапазон допустимых амплитуд оказался в пять раз шире и ограничивался возможностями используемой системы возбуждения ультразвука.

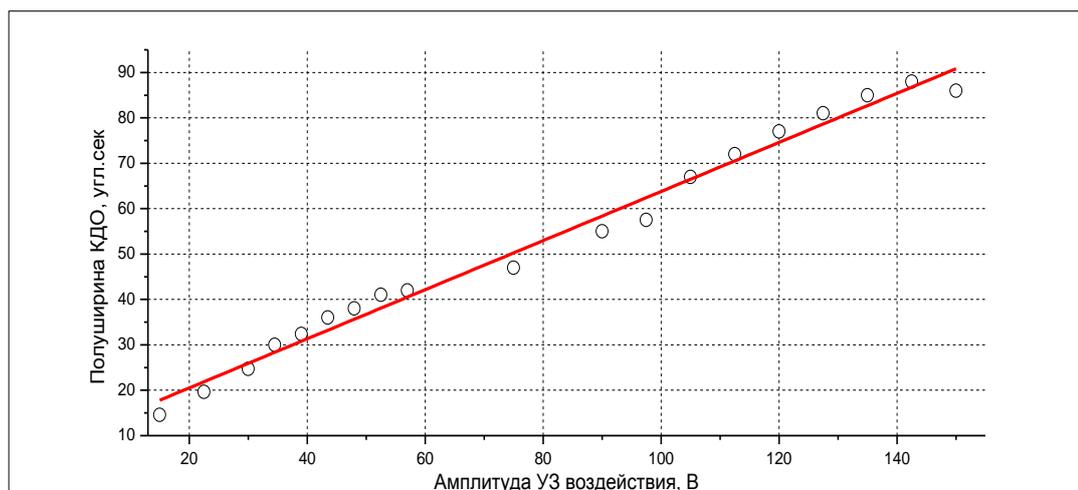


Рис. 5.3. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для монолитного рентгеноакустического элемента кварца (SiO_2) рефлекс (220) геометрия Лауэ, записанная в интегральном режиме

5.4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ ФТОРИДА ЛИТИЯ

Зависимости, полученные для рентгенооптических кристаллов фторида лития $\text{LiF}(200)$ составного резонатора SiO_2+LiF носили другой характер. Следует отметить, что данные кристаллы обладали высокой дефектностью и

неоднородностью, в разных местах образцов, измеренные КДО существенно отличались друг от друга, и были уширены. Типичная зависимость полуширины КДО в интегральном режиме записи от амплитуды ультразвукового воздействия на сравнительно хороших участках кристалла показана на **рис. 5.4а**. На образцах с высокой степенью дефектности наблюдалось заметное уменьшение ширины кривой качания (**рис. 5.4б**).

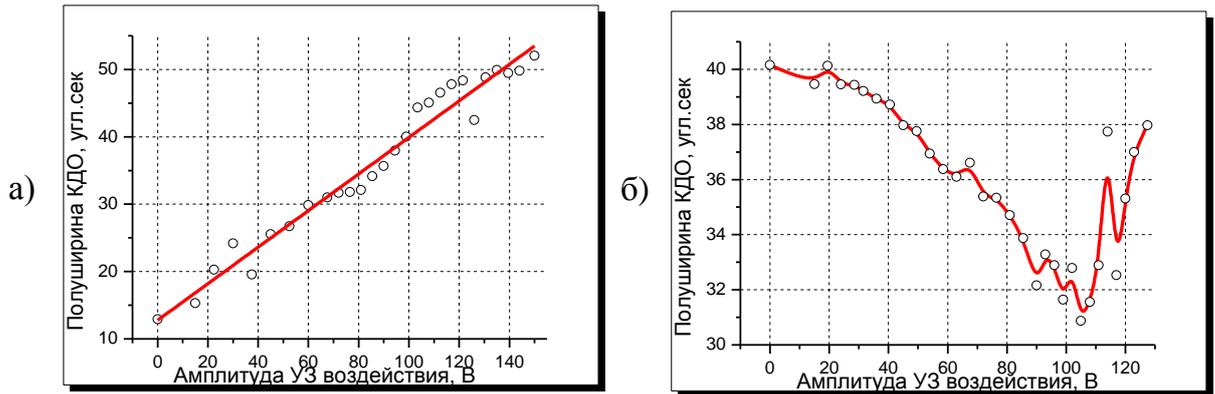


Рис. 5.4. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для рентгенооптического кристалла фторида лития составного резонатора SiO_2+LiF записанная в интегральном режиме а) Кристалл с

Была также обнаружена зависимость полуширины КДО от времени воздействия при постоянной величине амплитуды ультразвука. Пример таких зависимостей приведен на **рис.5.5**.

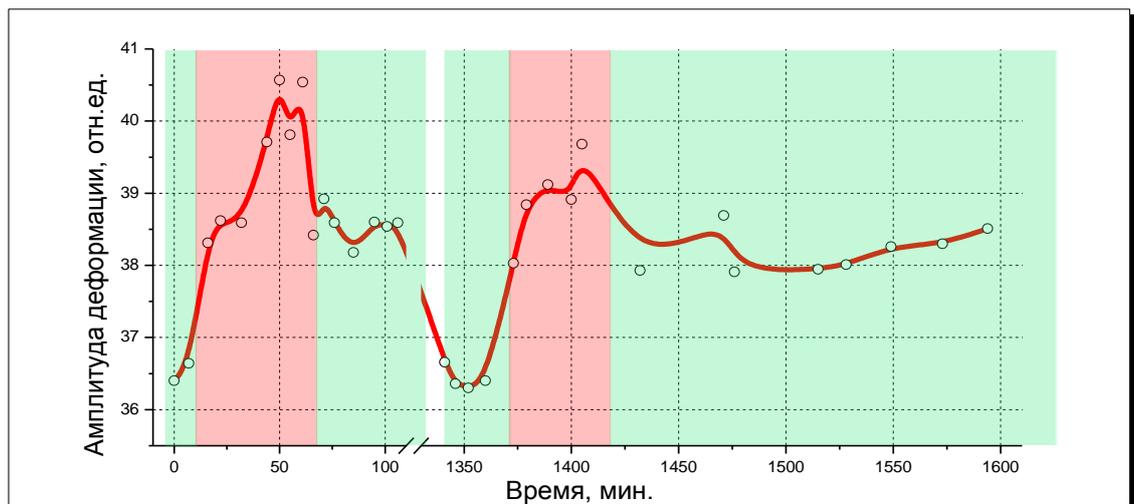


Рис. 5.5. Зависимость амплитуды деформации от времени воздействия ультразвука постоянной амплитуды для кристалла фторида лития составного резонатора SiO_2+LiF (200). Красные области – УЗ включен амплитуда 75 В, зеленые

При возбуждении ультразвуковых колебаний в кристаллах фторида ли-

тия в отличие от кристаллов кремния и кварца в течение ~ 20 мин. происходит уширение КДО. При отключении ультразвука в кристалле наблюдаются две стадии релаксации: сначала кристалл быстро переходит в новое «квази-стабильное» состояние, из которого за несколько часов происходит последующая релаксация до начального состояния.

5.5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КРИСТАЛЛАХ ПАРАТЕЛЛУРИТА

Ультразвуковые колебания возбуждались в схеме монолитного резонатора. В кристаллах парателлурита за участком с обычным линейным увеличением полуширины КДО от амплитуды ультразвукового воздействия следовал нелинейный участок (рис. 5.6а) с рядом экстремумов величины КДО. Следует отметить также заметное время установления стационарного значения ~ 30 -40 минут (рис. 5.6б).

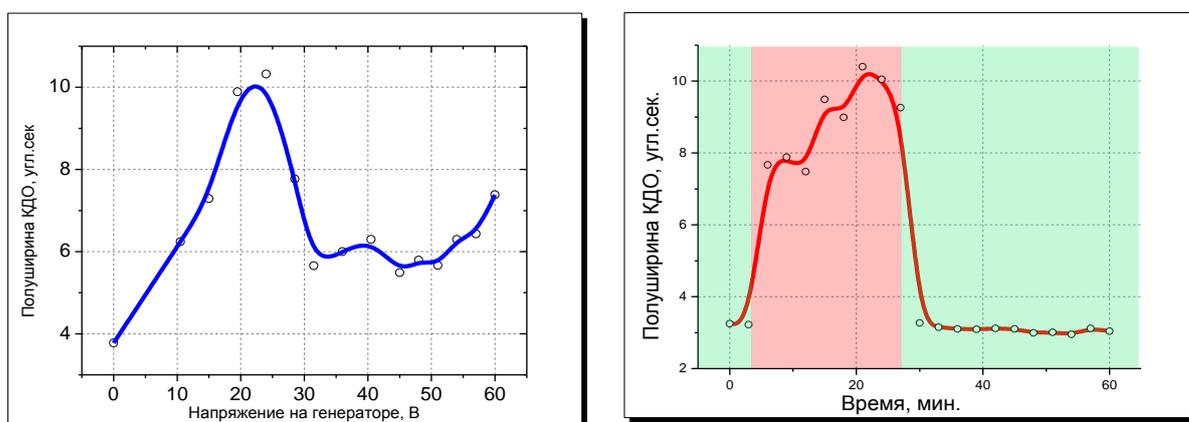


Рис. 5.6. Зависимость полуширины КДО монолитного рентгеноакустического элемента кристалла парателлурита TeO_2 записанная в интегральном режиме рефлекс 440 геометрия Брэгга а) от мощности ультразвукового воздействия б) от времени воздействия ультразвука. Красные области – УЗ включен, амплитуда 20 В,

Релаксация до начального значения занимала около 5 минут.

Следует отметить также, что исследованные кристаллы были весьма хорошего качества, при этом особая хрупкость данного материала, несмотря на отсутствие склеивающего слоя, не позволила подавать большие амплитуды, поскольку уже при 60-70 В происходило разрушение кристалла.

5.6. ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5

Впервые были проведены исследования эволюции рентгенодифракционных характеристик технически важных кристаллов методами рентгеноакустической дифрактометрии.

В результате проведенных экспериментов установлено, что кристаллы кремния и особенно кварца безусловно пригодны для использования в рентгеноакустических дифрактометрах, так как в широком диапазоне амплитуд ультразвукового воздействия не создается никаких искажений стробоскопических КДО и вплоть до разрушения никаких остаточных деформаций не наблюдается.

Впервые обнаруженные изменения рентгенодифракционных характеристик в кристаллах фторида лития и парателлурита, свидетельствуют, по видимому, об изменении внутренних напряжений во времени (и пространстве) из-за интенсивного образования (и релаксации) дефектов под УЗ воздействием.

ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан РА метод исследования дефектной структуры кристаллов с временным разрешением до 10^{-3} - 10^{-5} с.
2. Разработан комплексный подход к созданию и тестированию РА элементов. Предложен, создан и исследован новый РА элемент – монолитный резонатор;
3. На основе предложенного метода РА управления рентгеновским пучком создан и апробирован основанный на ранее не используемых эффектах прибор - РА дифрактометр, причем предложены и реализованы две эффективные и удобные для использования схемы проведения экспериментов с использованием РА анализатора и РА монохроматора
4. Установлена высокая стабильность РД характеристик кварца и кремния в широком диапазоне ультразвуковых амплитуд, что обуславливает корректность и точность измерений РА способом с использованием данных кристаллов.
5. Впервые обнаружена необычная эволюция кривых дифракционного отражения при увеличении амплитуды ультразвуковых колебаний в кристаллах фторида лития и парателлурита, а также временная эволюция КДО при постоянной ультразвуковой амплитуде. Эти результаты свидетельствуют об изменении внутренних напряжений в результате образования и релаксации дефектов в этих кристаллах.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] *Благов А.Е., Ковальчук М.В., Кон В.Г. и др. // ЖЭТФ. 2005. Т.128. Вып. 5(11). С. 893.*
- [2] *Благов А.Е., Ковальчук М.В. и др. // Кристаллография, 2008, Т.53. №3. С. 411 – 415*
- [3] *Просеков П.А.. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва 2011г.*
- [4] *Благов А.Е., Ковальчук М.В. и др. // Кристаллография. 2006. Т.51. № 5. С. 779-784.*
- [5] *Б.К.Вайнштейн. Современная кристаллография. Т.1. Наука, Москва, 1979*
- [6] *Л.А.Асланов. Инструментальные методы рентгеноструктурного анализа. Изд-во МГУ, Москва, 1982*
- [7] *Бриггс Д., Сих М.П. Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Мир, Москва, 1987.*
- [8] *Я.В.Зубавичус, Ю.Л.Словохотов Рентгеновское синхротронное излучение в физико-химических исследованиях// Успехи химии 70 т.5 2001 с. 429-463*
- [9] *Б.К.Вайнштейн Современная кристаллография т.1 Наука Москва 1979г*
- [10] *Л.А.Асланов Инструментальные методы рентгеноструктурного анализа Изд МГУ, Москва, 1982г.*
- [11] *Джеймс Р., Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, пер. с англ., М., 1950;*
- [12] *Жданов Г. С., Основы рентгеновского структурного анализа, М.- Л., 1940;*
- [13] *Гинье А., Рентгенография кристаллов, пер. с франц., М., 1961;*
- [14] *Порай-Кошиц М. А., Практический курс рентгеноструктурного анализа, т. 2, М., 1960;*
- [15] *Иверонова В. И., Ревкевич Г. П., Теория рассеяния рентгеновских лучей, 2 изд., М., 1978;*
- [16] *Амелинкс С., Методы прямого наблюдения дислокаций [кристаллов], пер. с англ., М., 1968;*
- [17] *P. P. Ewald, "Zur Begrundung der Kristalloptic, Teil 1", Ann. Phys., 1916, 49, 1-38*
- [18] *P. P. Ewald, "Zur Begrundung der Kristalloptic, Teil 2", Ann. Phys., 1916, 49, 117-143*

-
- [19] *P. P. Ewald*, "Zur Begründung der Kristalloptik, Teil 3", *Ann. Phys.*, 1917, 54, 519-597
- [20] *M. Laue*, "Ergebnisse der Exakten Naturwissenschaften, vol. 10", Berlin, Springer, 1931, p. 133-158
- [21] *Афанасьев А. М., Александров П. А., Имамов Р.М.*, Рентгеновская структурная диагностика в исследовании приповерхностных слоев монокристаллов, М., 1986;
- [22] *Кривоглаз М. А.*, Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах, К., 1983;
- [23] *Пинскер З. Г., А. В. Колпаков* Рентгеновская кристаллооптика, М., 1982..
- [24] *Fox G.W., Carr H.P.* The effect of piezoelectric oscillation on intensity of x-ray reflections from quartz.// *Physical review*, vol 37, June 15, 1931
- [25] *Благов А.Е., Ковальчук М.В., Кон В.Г. и др.* // *ЖЭТФ*. 2005. Т. 128. Вып. 5(11). С. 893.
- [26] *О.П. Алешко-Ожневский*. Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. Москва 1992г.
- [27] *Алешко-Ожневский О.П., Погосян А.С, Чуховский Ф.Н., Штейнбах Б.В., Калашишникова И.И., Хазанов А.А.* Исследование рентгенотопографического дифракционного контраста в циркулярных кварцевых резонаторах. // *Кристаллография* Том 36, Вып. 1, (1991) стр. 159-169.
- [28] *J. Detaint, J. Schwattzel, A. Zarka, B. Capelle, J.P. Denis, E. Philippot.* Bulk wave propagation and energy trapping in the new thermally compensated materials with trigonal symmetry. // *IEEE International frequency control symposium*, 1994, p. 58-71.
- [29] *B. Shilo, E. Zolotoyabko.* Visualization of short surface acoustic waves by stroboscopic x-ray topography: analysis of contrast. // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36 (2003) A122–A127.
- [30] *B. Shilo, E. Lankin, E. Zolotoyabko, J. Hartwing, J. Baruchel.* Visualization of Acoustic wave front in crystals by Stroboscopic X-ray Topography. // *Synchrotron radiation news*, Vol. 15, No 2, 2002.
- [31] *E. Zolotoyabko, D. Shilo, E. Lakin.* X-ray imaging of acoustic wave interaction with dislocations. // *Materials Science and Engineering A* 309/310, 23 (2001).

-
- [32] *И.Р. Энтин*. Эффект резонансного подавления ультразвуком аномально-го прохождения рентгеновских лучей. // Письма в ЖЭТФ, 26, вып. 5, 392-395. 1977
- [33] *И.Р. Энтин, Э.В. Суворов, Н.П. Кобелев, Я.М. Соيفер*. Рентгеноакустический резонанс в совершенном кристалле кремния. // ФТТ. 20, №5, 1311-1315, 1978
- [34] *Entin I.R.* Theoretical and experimental study of X-Ray acoustic resonance in perfect silicon crystal. // *Phis. status solidi. B*, 1978, 90, N 2, p. 575-584
- [35] *A. Schelokov, Dmitry V. Roshchupkin, Dmitry V. Irzhak and Remi Tucoulou*. Dynamical theory for calculations of X-ray spectra from crystals modulated by surface acoustic waves. // *J. Appl. Cryst.* (2004). 37, 52–61.
- [36] *R. Tucoulou, O. Mathon, C. Ferrero, V. Mocella, D. V. Roshchupkin, R. E. Kumon*. Investigation of surface acoustic wave fields in silicon crystals by x-ray diffraction: A dynamical theory approach. // *J. Appl. Phys.* 97 (2005).
- [37] *D.V. Roshchupkin, I.A. Schelokov, R. Tucoulou, M. Brunel*. X-Ray diffraction on multiplayer mirror modulated by surface acoustic wave. // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 129 (1997) p. 441-418.
- [38] *D.V. Roshchupkin, R. Tucoulou, A. Masclet, M. Brunel, I.A. Schelokov, A.S. Kondakov*. X-ray diffraction by standing surface acoustic waves // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 142 (1998) p. 432-436.
- [39] *D.V. Roshchupkin, I.A. Schelokov, R. Tucoulou, A.S. Kondakov, M. Brunel*. X-ray focusing by a 1D-grazing incidence Fresnel zone plate modulated by a surface acoustic wave. // *Optics Communications* 146 (1998) pp.25–30.
- [40] *D. V. Roshchupkin, R. Tucoulou, M. Brunel*. X-ray standing waves effects for a multilayer mirror modulated by surface acoustic waves. // *App. Phys. Lett.* V 75, N5 (1999) p. 639-640.
- [41] *R. Tucoulou, O. Mathon, D. Roshchupkin*. X-ray Bragg diffraction of LiNbO₃ crystals excited by surface acoustic waves. // *Physical Review B*, Volume 64, (2001).
- [42] *Д.В. Рошчупкин, Р. Тукулу, О. Матон*. Дифракция рентгеновского излучения на 127° у-срезе кристалла LiNbO₃, промодулированном коротковолновой поверхностной акустической волной. // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2002, № 1, с. 10–16.

-
- [43] Д.В. Рошупкин, Д.В. Иржак, Р. Тукулу, О. Матон. Стробоскопическая рентгеновская топография бегущих поверхностных акустических волн в кристалле Si(111). // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2003, № 2, с. 25–27.
- [44] К.П.Ассур, И.Р.Энтин. Влияние ультразвуковых колебаний на динамическую дифракцию рентгеновских лучей в геометрии Брэгга.// ФТТ,24, в7, 2122-2129,1982.
- [45] S. Kikuta, T. Takahashi, S. Nakatani. High Frequency Time Modulation of X-Ray beam Diffracted from a LiNBO3 Crystal by Surface Acoustic Waves. // Japanese J. Of Appl. Phys., 1984, vol. 23, № 4, p. L193-L196.
- [46] I. Fujimoto. Direct Detection of Electric-Field-Induced Microscopic Structural Changes in LiNbO3 by Modulation X-Ray Diffraction. // Phys. Rev. Lett., 1987, vol. 40, №14, p.941-941.
- [47] Кэду У., Пьезоэлектричество и его практическое применение, пер. с англ., М., 1949.
- [48] J.E. White. X-Ray Diffraction by elastically deformed crystals, // J. Appl. Physics Vol. 21, September 1950, 855-859.
- [49] A.R. Lang. The projection topograph: a new method in X-ray diffraction microradiography. //Acta Cryst. (1959). 12, 249-250.
- [50] W. J. Spencer. X-ray diffraction study of acoustic mode patterns in crystalline quartz //Applied Physics Letters, April 1, 1963, Volume 2, Issue 7, pp. 133-135.
- [51] Спенсер У. Исследование резонансных колебаний и нарушений структуры в монокристаллах методом рентгеновской дифракционной топографии. // В кн.: Физическая акустика под ред. Мезона У., пер. с англ. М.: Мир, 1973. Т.У.-С.134-191.
- [52] K. Haruta. Intensity of X Rays Diffracted from an Elastically Vibrating Single-Crystal Plate // Journal of Applied Physics, July 1967, Vol. 38, Issue 8, pp. 3312-3316.
- [53] Yong R.A., Wagner C.E. Intensity Contrast in Diffraction from Nearly Perfect Crystals // Brit. J. Appl. Phys., 1966, Vol. 17.
- [54] Mason W.P. Piezoelectric Crystals and Their applications to ultrasonics.// Priston, New Jersey, 1950, p. 1-377.
- [55] Mindlin R. D. High frequency vibrations of crystal plates Quart. // Appl. Math. 19 51-61,(1961).

-
- [56] *Mindlin R.D., Spenser W.J.* Anharmonic thickness - twist overtones of thickness-shear and flexural vibrations of rectangular at-cut quartz plates. // *J. Acoust. Soc. Am.*, 1967, vol. 42, p. 1268-1277.
- [57] *Spenser W.J., Pearman G.T.* X-Ray Diffraction from Vibrating Quartz Plates. // *Advances in X-Ray Analysis*. N.Y. Plenum press, 1970, vol. 13, p. 507-525.
- [58] *Дьяконов Е.А., Волошинов В.Б., Поликарпова Н.В.* Акустооптическое исследование необычных случаев отражения объемных упругих волн в кристалле парателлурита *Акустический журнал*, 2012, 58, 1, с. 121-131
- [59] *Zolotoyabko E., Quintana J. P.* Control of synchrotron x-ray diffraction by means of standing acoustic waves. // *Rev. Sci. Instrum.* 2004. V. 75. P. 699
- [60] *R. Tucoulou, D. V. Roshchupkin, I. A. Schelokov, M. Brunel, E. Ziegler, M. Lingham, C. Mouget, S. Douillet.* High frequency electro-acoustic chopper for synchrotron radiation.// *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 132 (1997) pp. 207-213.
- [61] *R. Tucoulou, D. V. Roshchupkin, O. Mathon, I. A. Schelokov, M. Brunel, E. Ziegler and C. Morawe.* High-Frequency X-ray Beam Chopper Based on Diffraction by Surface Acoustic Waves. // *J. Synchrotron Rad.* (1998). 5, pp. 1357-1362.
- [62] *Д.В. Рошупкин, И.А. Щелоков, В.В. Аристов, Р. Тукулу, М. Брюнель.* Дифракция рентгеновского излучения на многослойных зеркалах, промодулированных ПАВ. // *Материалы совещания «Рентгеновская оптика»*, Нижний Новгород. Стр. 83-92 (1999).
- [63] *Рошупкин Д.В., Иржак Д.В., Снигирев А.А., Снигирева И.И.* Рентгеновская оптика в ИПТМ РАН. *Известия Российской академии наук. Серия физическая*. 2011. Т. 75. № 1. С. 39-41.
- [64] *Пунегов В.И., Рошупкин Д.В.* Влияние частоты ультразвука на процесс многоволнового рассеяния рентгеновских лучей на кристалле LiNbO_3 , промодулированного поверхностной акустической волной *Кристаллография*. 2012. Т. 57. № 1. С. 29.
- [65] *M.A.Navasardyan.* // *Journ. Appl. Cryst.* 34, 763-766, 2001.
- [66] *В.Л. Носик, М.В. Ковальчук.* Рентгеновские элементы, основанные на колеблющихся кристаллах. // *Поверхность*, №1, 91-98 (2000).
- [67] *Благов А.Е., Ковальчук М.В. и др.* // *Кристаллография*. 2006. Т.51. № 5. С. 779-784.

-
- [68] *Благов А.Е.* Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва 2006г.
- [69] *Тяпунина Н.А., Зиненкова Г.М., Наими Е.К.* Действие ультразвука на кристаллы с дефектами изд. МГУ, 1999 238с.
- [70] *Пиеничнов Ю.П.* Выявление тонкой структуры кристаллов. М:Металлургия 1974
- [71] *Бушужева Г.В., Зиненкова Г.М. и др.* //Кристаллография т.53, №3, с. 507-512, 2008
- [72] *Тяпунина Н.А., Красников В.Л. и др.* // ФТТ, 2003, том 45, вып. 1 с.95-100
- [73] *Швидковский Е.Г., Дургарян А.А., Тяпунина Н.А.* // Научные доклады высшей школы .Сер. Физ.-мат. Науки 1958 с 172
- [74] *Кокер Э., Файлон Л.* Оптический метод исследования напряжений, ОНТИ 1936
- [75] *Quimby S.L.* // Phys.rev. 1925. V.25, N2, P.558
- [76] *Zacharias J.* // Phys.rev. 1933. V.44, N1, P.117
- [77] *Balamuth L.* // Phys.rev. 1934. V.45, N3, P.715
- [78] *Cooke W.T.* // Phys.rev. 1936. V.50, N5, P.1158
- [79] *Бергман Л.* Ультразвук и его применение в науке и технике М.: ИЛ, 1957
- [80] *Мазон У.* Физическая акустика, Т.1, ч.А.:М.: Мир 1966
- [81] *Александров А.Я., Ахметзянов М.Х.* Поляризационно-оптические методы исследования механики деформируемого тела. М.: Наука, 1973
- [82] *Степанов А.В.* Основы практической прочности кристаллов М.: Наука 1974
- [83] *Клявин О.В.* Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах М.: наука 1987
- [84] *Белозерова Э.П., Тяпунина Н.А., Казак Ф.А.*// ФТТ 1968 т.10, Т12, С.3540
- [85] *Тяпунина Н.А., Наими Е.К.* // Изв. АН Латвийской ССР Сер. Физ-тех науки 1970 Т6 С.30
- [86] *Базелюк Г.Я., Полоцкий И. Г.,* Действие ультразвукового облучения на дислокационную структуру монокристаллов // Физика металлов и металловедение.– 1960. –№.5.– С.56-61.
- [87] *Степанов Ю.Н., Алехин В.П.* Изменение распределения плотности краевых дислокаций в образце при возникновении стоячей волны // Физика и химия обработки материалов.–1999.–№1.–С.78–83.

-
- [88] *Полоцкий И.Г., Базелюк Г.Я.* Действие ультразвука на разориентацию фрагментов в объеме монокристаллов меди // *Металлофизика.*– 1970. – Вып.29.– С.99.
- [89] *Шестак Я.* Теория термического анализа.– М.: Мир, 1987.– 455с.
- [90] *Базелюк Г.Я., Козырский И.Г.* Электронно-микроскопические исследования дислокационной структуры поликристаллического алюминия, облученного ультразвуком // *Физика металлов и металловедение.*– 1971.– Вып.1.– С.145
- [91] *Полоцкий И.Г., Мордюк Н.С.* Воздействие ультразвука на дислокационную структуру монокристаллов алюминия // *Металлофизика.*–1970.– №29.–С.99–101.
- [92] *Кривоглаз М.А.* Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах.– М.: Н. думка, 1983.– 213с.
- [93] *Спенсер У.* // В кн.: *Физическая акустика* Мир, 1973. Т.У.-С.134-191.
- [94] *Панин В.Е., Данилов В.И.,* Структурные уровни пластической деформации и разрушения. –Новосибирск: Наука, 1990.– 167с.
- [95] *Базелюк Г.Я., Рябошапка К.П.* Рентгенодифракционные исследования параметров дислокационной структуры алюминия // *Металлофизика.*– 2003.–Т.25.– №2.– С.243-256
- [96] *М. В. Ковальчук, А. В. Таргонский, А. Е. Благов, И. С. Занавескина, Ю. В. Писаревский* Новый метод измерения кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки // *Кристаллография*, 56, вып. 5, 2011, с. 7.
- [97] *Балакшиев В.И., Манцевич С.Н.* // *Акустический журнал*, 2012, 58, 5, с. 600-609.
- [98] *Андреев В.Г., Крит Т.Б., и др.*// *Акустический журнал*, 2011, 57, 1, с. 3-12.
- [99] *Лидер В.В.* Учебное пособие Фазочувствительные рентгеновские методы характеристики конденсированных сред 2009
- [100] *З.Г. Пинскер, Э.К. Ковьев, А.В. Миренский, А.С. Фокин, М.В. Ковальчук, Ю.Н. Шилин.* Авторское свидетельство №46 3045.
- [101] *Э.К. Ковьев, М.В. Ковальчук, З.Г. Пинскер.* // *Кристаллография*, 19, 1062, 1974.
- [102] *М.В. Ковальчук Э.К. Ковьев, А.В. Миренский, Ю.Н. Шилин.* // *Приборы и техника эксперимента*, №4, 203, 197.