

на правах рукописи



Коржов Виктор Александрович

**МЕТОД ВИЗУАЛИЗАЦИИ КРИВОЙ КАЧЕНИЯ
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОГО
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФОРМАЦИЙ КРИСТАЛЛОВ
ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ УПРУГИХ КОЛЕБАНИЙ**

Специальность 1.3.20. Кристаллография, физика кристаллов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва 2026

Работа выполнена в лаборатории рентгеновских методов анализа и синхротронного излучения Института кристаллографии им А.В. Шубникова Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»).

Научный руководитель: **Ковальчук Михаил Валентинович**
член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук, профессор, президент НИЦ «Курчатовский институт».

Официальные оппоненты: **Барат Вера Александровна**
доктор технических наук, профессор кафедры диагностических информационных технологий Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский университет «МЭИ», г. Москва;

Ильин Александр Сергеевич
кандидат физико-математических наук, доцент кафедры общей физики и наноэлектроники физического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, г. Москва.

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва.

Защита диссертации состоится 24 июня 2026 г., начало в 14:00, на заседании диссертационного совета 02.1.003.07 на базе НИЦ «Курчатовский институт» по адресу: 123182, г. Москва, пл. Академика Курчатова, д.1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте www.nrcki.ru

Автореферат разослан «___» _____ 2026 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета 02.1.003.07
кандидат физико-математических наук



К.В. Фролов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность

Кристаллы различной симметрии, обладающие большим разнообразием физических свойств, являются базовым элементом широкого круга электронных приборов самой разной сложности. Кристаллы в составе электронных устройств испытывают различные внешние воздействия, в том числе функционального характера. Соответственно, при разработке кристаллических материалов необходимо учитывать их возможные функциональные нагрузки и условия эксплуатации.

Примером распространенного элемента микроэлектроники на основе кристалла является кристаллический резонатор. Как часть электронного устройства он испытывает электромеханические колебания, что используется для стабилизации частоты и фильтрации сигналов. Другой областью применения кристаллов в условиях внешнего воздействия является перестраиваемая рентгеновская оптика, основанная на контролируемом изменении параметра решетки при ультразвуковом воздействии. Примером являются адаптивные элементы рентгеновской оптики (АЭРО) различных типов [1-6], с помощью которых можно управлять основными параметрами рентгеновского излучения. Ключевыми достоинствами такой оптики являются относительная простота применения, легкость интеграции в существующие схемы, быстродействие. Эффективность управления параметрами рентгеновского пучка во многом зависит от распределения деформаций в АЭРО, соответственно, существует задача по локализации ультразвуковых деформаций кристаллов.

Одним из наиболее эффективных инструментов для определения степени дефектности кристаллов являются методы на основе рентгеновского излучения: рентгеновская дифрактометрия и топография. Первый метод позволяет с высокой точностью определить степень совершенства кристаллической структуры в ограниченной области. Однако вследствие малого размера пучка оценить совершенство образца в целом весьма затруднительно, в первую очередь, из-за значительных затрат времени на картирование. При использовании широкого рентгеновского пучка, характерного для методов рентгеновской топографии, возможно получение информации о совершенстве образца в целом, однако в этом случае снижается прецизионность и пространственное разрешение получаемых данных.

Относительно недавно появился метод, называемый визуализацией кривой качания [7]. Он объединяет в себе уникальные возможности как

дифрактометрии, так и топографии, что позволяет проводить исследования с высокой степенью локальности и прецизионности. Благодаря высокому пространственному разрешению, большой области засветки и возможности количественной оценки степени дефектности структуры, с помощью данного метода можно получать обширную информацию о структурном совершенстве кристаллов.

Метод визуализации кривой качания преимущественно применяется для исследования объектов, находящихся в статических условиях, что ограничивает понимание реального поведения кристалла при его функционировании. Анализ изменения параметров кристаллической решетки при эксплуатационных условиях открывает новые возможности для объективного контроля кристаллов. Таким образом, актуальной задачей, решаемой в рамках настоящей работы, является разработка методов прецизионного анализа пространственного распределения деформаций перспективных кристаллических материалов в условиях переменных механических воздействий.

Цели и задачи работы

Целью работы является модификация метода визуализации кривой качания, позволяющая проводить исследования рентгенодифракционных характеристик кристаллических материалов в условиях внешних воздействий, а также расширение возможностей по управлению параметрами рентгеновского пучка.

Для достижения цели необходимо было решить следующие задачи:

- разработать на основе метода визуализации кривой качания методику для исследования деформационного поведения кристаллов в условиях переменных механических воздействий, которая позволит с высоким пространственным разрешением определять их рентгенодифракционные характеристики;
- применить предложенную методику для проведения анализа напряжений кристаллической решетки ряда перспективных для микроэлектроники, акустоэлектроники и рентгеновской адаптивной оптики материалов в условиях ультразвукового воздействия;
- разработать методическую основу и создать комбинированный монолитный АЭРО, позволяющий за счет одновременного возбуждения колебаний двух мод контролировать сразу несколько ключевых параметров рентгеновского пучка непосредственно в процессе эксперимента.

Научная новизна

1. Разработана и реализована методика анализа изменения параметров кристаллической решетки перспективных для практического применения кристаллов в условиях ультразвукового воздействия на основе метода визуализации кривой качания, который объединяет в себе уникальные возможности методов рентгеновской дифрактометрии и топографии для комплексной характеристики неоднородностей кристаллической решетки;

2. Разработанная методика применена для изучения пространственного распределения деформаций, возникающих в кристаллах лангасита ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, ЛГС) и кварца (SiO_2) в результате воздействия динамической ультразвуковой нагрузки – при возбуждении стоячей волны; для кристалла ЛГС полученное значение деформации при колебаниях продольной моды показывает перспективность его применения в качестве перестраиваемого рентгенооптического элемента. Продольный АЭРО на основе ЛГС обладает бóльшим диапазоном варьирования параметра пучка, чем аналогичный элемент из кристалла кварца;

3. Впервые создан прототип двухчастотного монолитного АЭРО, использующий ортогональные ультразвуковые колебания продольной и поперечной моды; на его основе продемонстрирована принципиальная возможность одновременного возбуждения двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний в одном кристаллическом резонаторе. При этом сохраняется возможность управления параметрами рентгеновского пучка (например, угловым положением и интенсивностью) с помощью каждого из типов колебаний.

Практическая значимость

Реализованная в данной работе методика на основе метода визуализации кривой качания перспективна для проведения прецизионных исследований совершенства кристаллической структуры и изучения пространственного распределения деформаций, возникающих в условиях внешних воздействий. Эти исследования имеют практическую ценность с точки зрения моделирования работы различных устройств микроэлектроники и акустоэлектроники на основе кристаллических материалов и прогнозирования их поведения при реальных функциональных нагрузках и условиях эксплуатации. На основе предложенной методики был получен патент на изобретение для установления объемного распределения носителей заряда и

деформаций в кристаллах при приложении внешних электрических полей (патент № 2843322).

В свою очередь, созданный прототип двухчастотного монолитного АЭРО может значительно расширить возможности существующих исследовательских установок без необходимости их существенной модернизации. Комбинированный АЭРО подходит для применения в рентгенооптических схемах как лабораторных дифрактометров, так и синхротронных станций для управления одновременно двумя параметрами эксперимента. Это позволяет использовать комбинированный АЭРО в качестве линии задержки для формирования пучков с определенной пространственно-временной структурой и для ряда других задач.

Положения, выносимые на защиту:

1. Методика исследования деформационного поведения кристаллов в условиях ультразвукового воздействия на основе метода визуализации кривой качания, обладающая пространственным разрешением до 55 мкм².
2. Получение пространственного распределения ультразвуковых деформаций в кристаллах ЛГС и кварца, а также значения относительных деформаций в данных кристаллах при колебаниях продольной моды.
3. Реализация двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний – продольной и поперечной моды – в одном АЭРО с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого типа колебаний как в отдельности, так и совместно.
4. Прототип двухчастотного монолитного АЭРО, позволяющий контролировать сразу несколько ключевых параметров дифрагированного адаптивным элементом рентгеновского пучка – интегральную интенсивность и угловое положение. Достигнуто одновременное увеличение интегральной интенсивности до двух раз и варьирование углового положения в диапазоне $\pm 7.2^\circ$.

Личный вклад автора

Автор лично разработал новую методику на основе метода визуализации кривой качания и модернизировал лабораторные дифрактометры для ее реализации, принимал активное участие в выборе и подготовке исследуемых образцов – кристаллов ЛГС и кварца, обработке и интерпретации результатов. Все представленные в работе эксперименты проводились автором лично. Для обработки данных автор разработал алгоритм преобразования серии

топограмм, полученных методом визуализации кривой качания, в карты основных параметров кривой качания. Автор также принимал активное участие в создании и тестировании прототипа комбинированного АЭРО, основанного на одновременном возбуждении двух ортогональных ультразвуковых колебаний разных мод.

Достоверность полученных результатов

Достоверность представленных в работе результатов подтверждается использованием современных методов исследования и обработки результатов, надежностью используемого программного обеспечения для управления экспериментом, а также наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях и докладами на различных конференциях.

Апробация результатов

Результаты диссертационной работы были представлены на национальных и международных конференциях, в том числе: Electron, positron, neutron and x-ray scattering under the external influences (2021 и 2023, Ереван), Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов (2021, Москва), Синхротронные и нейтронные методы исследования конденсированных фаз (2022 и 2024, Москва), Курчатовский форум синхротронных и нейтронных исследований (2023-2025, Москва), Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации (2024 и 2025, Суздаль) и других. Материалы диссертации представлены в двух грантах Министерства образования и науки РФ.

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 10 статей, в том числе 3 статьи в рецензируемых журналах из перечня ВАК, также получен 1 патент на изобретение.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, включающих 36 параграфов, заключения, выводов и списка используемых источников. Объем диссертации составляет 120 страниц, включая 50 рисунков и список литературы из 149 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приведено обоснование актуальности работы, сформулированы цели и задачи работы. Изложена научная новизна и практическая значимость, представлены сведения об апробации результатов работы и публикациях.

В первой главе приведены сведения о роли кристаллических материалов в современном мире, о природе пьезоэлектрического эффекта и стоячих акустических волн в кристаллах, о способах использования кристаллических резонаторов в различных сферах науки и техники.

Приведен расширенный обзор применения пьезоэлектрических кристаллов в качестве адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО) на основе упругих колебаний [1-6]. Такие элементы позволяют контролируемым образом управлять параметрами рентгеновского пучка за счет деформаций, возникающих при ультразвуковом (УЗ) воздействии. Параметр решетки при данном воздействии варьируется в некотором диапазоне с постоянным периодом, равным периоду УЗ колебаний. При дифракции рентгеновского излучения от АЭРО имеется возможность, например, непрерывно сканировать определенную область (угловую или спектральную), и в зависимости от фазы колебания определять абсолютные величины сканируемого параметра. Ультразвуковая перестройка аналогична повороту кристалла с помощью гониометра, но обладает бóльшим быстродействием. Направлению, связанному с использованием деформаций кристаллов при ультразвуковых колебаниях для контролируемого изменения параметров рентгеновского излучения, посвящены многие работы М. В. Ковальчука, Ю. В. Писаревского, А. Е. Благова, В. Л. Носика, А. В. Таргонского, Я. А. Элиовича, проводимые в Курчатовском комплексе кристаллографии и фотоники НИЦ «Курчатовский институт».

Приведена классификация АЭРО и сравнительный анализ их основных функциональных параметров. Показано, что в элементах на основе колебаний продольной моды необходимо использовать область кристалла с однородной деформацией с целью минимизации искажения отраженного пучка. Отмечено, что для контролируемого управления рентгеновским пучком посредством ультразвуковой модуляции требуется детальное исследование особенностей, возникающих в кристалле при упругих колебаниях, в том числе с высоким пространственным разрешением.

Показано, что одним из наиболее эффективных инструментов для характеристики структуры кристаллов является рентгеновское излучение.

Приведен обзор основных рентгенодифракционных методов, таких как рентгеновская двухкристальная дифрактометрия и топография. Указаны их текущие возможности и недостатки, описаны времяразрешающие подходы, приведены примеры исследований в условиях внешних воздействий.

Приведены сведения об относительно новом методе – методе визуализации кривой качания (Rocking Curve Imaging, RCI) [7]. Он объединяет в себе уникальные возможности двух вышеуказанных методов, что позволяет получать обширную информацию о совершенстве кристаллической структуры образца [8, 9]. Отмечено, что ввиду своих существенных преимуществ, возможности метода RCI могут быть расширены на объекты, находящиеся в условиях внешних воздействий, например, ультразвука.

Во **второй главе** представлена модификация метода визуализации кривой качания, позволяющая проводить исследования деформационного поведения кристаллических материалов под воздействием упругих колебаний.

Метод RCI представляет собой количественную версию рентгеновской двухкристальной топографии. Для регистрации рентгеновского излучения в данном методе используется двумерный детектор, каждый пиксель которого записывает свою собственную «локальную» кривую качания (рис. 1).

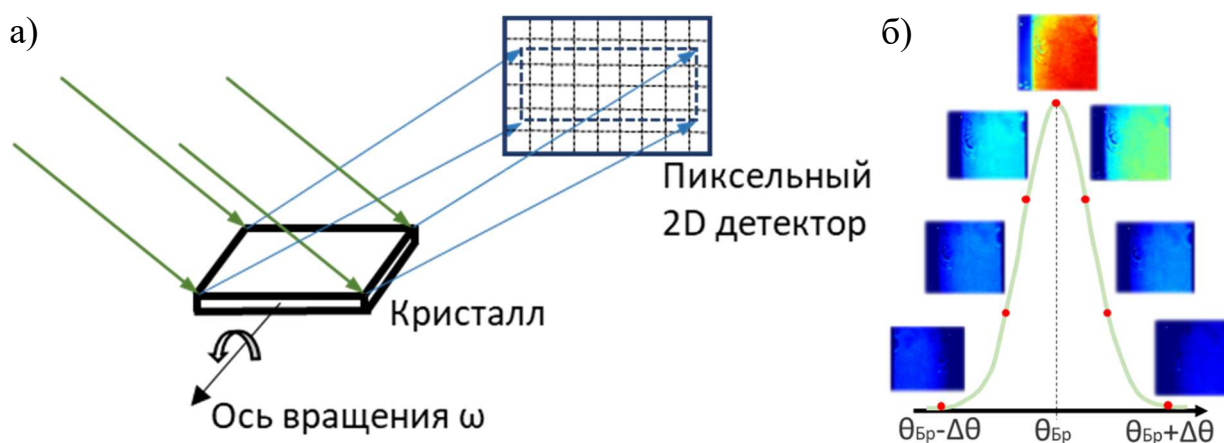


Рисунок 1. а) Принцип метода RCI: падающее монохроматическое рентгеновское излучение дифрагирует от кристалла, поворот кристалла в окрестностях угла Брэгга (ось ω) позволяет записывать «локальные» кривые качания в каждом пикселе двумерного детектора, б) Получаемые методом RCI данные – серия топограмм вблизи угла Брэгга.

По «локальным» кривым качания строятся карты основных параметров, таких как интегральная интенсивность, угловое положение пика и полуширина кривой качания (рис. 2). Карты интегральной интенсивности позволяют оценить совершенство кристалла, по картам углового положения пика можно получить информацию о развороте кристаллической решетки, а карты полуширины дают представление о мере локального искажения в определенной области образца [10].

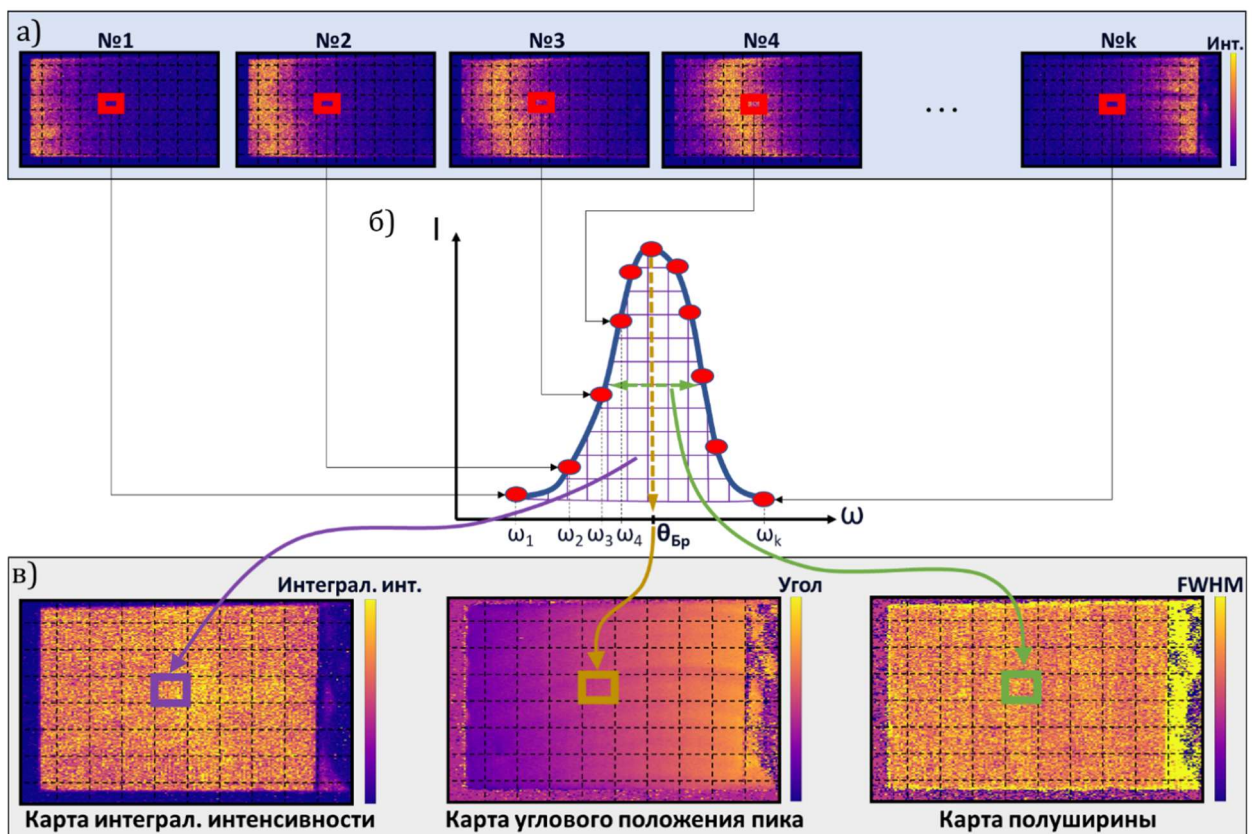


Рисунок 2. Пример обработки результатов, полученных методом RCI:

а) исходная серия топограмм, б) «локальная» кривая качания от определенной области, соответствующей одному пикселю, в) карты основных параметров кривой качания.

Отмечено, что метод визуализации кривой качания применим для проведения исследований в условии внешнего воздействия. По разнице карт, полученных до и во время воздействия, можно оценить влияние внешней силы на кристаллическую решетку образца. Показано, что при воздействии УЗ, соответствующего возбуждению колебаний продольной моды, деформации решетки можно количественно оценить по полуширине кривой качания.

На основе метода RCI была разработана методика для характеристики в интегральном по времени режиме деформаций кристаллов под воздействием резонансных ультразвуковых колебаний. Разработанная методика позволяет локализовывать узлы и пучности стоячих акустических волн, а также устанавливать величину возникающих деформаций. Она может использоваться для определения различных мод колебаний в кристаллическом резонаторе, а также для исследования влияния дефектов или конфигурации электродов на эффективность колебаний. Представленная методика обладает пространственным разрешением до 55 мкм^2 , что позволяет эффективно определять различные неоднородности кристаллической решетки, в том числе области с градиентной и однородной деформацией. Последнее особенно важно при исследовании рентгеноакустического взаимодействия в АЭРО.

В третьей главе продемонстрировано применение разработанной методики для исследования деформационного поведения монокристаллов лангасита ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, ЛГС) при ультразвуковых колебаниях. Данный кристалл обладает хорошими пьезоэлектрическими свойствами [11], что делает его перспективным материалом для изготовления АЭРО.

Кристалл ЛГС выращивался методом Чохральского. Исследуемый образец имел размер $42 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$ (рис. 3а), отклонение торцевых граней от плоскопараллельности менее 1 мкм, срез $\text{XYtwl } -21^\circ/0^\circ/0^\circ$. Исходя из класса симметрии и упругих постоянных кристалла ЛГС, данный срез позволяет получить относительно чистую моду продольных колебаний. На половины лицевых поверхностей образца были нанесены электроды, через которые с помощью специального кристаллодержателя (рис. 3б) на образец подавался управляющий сигнал ультразвуковой частоты.



Рисунок 3. Фотографии образца лангасита с нанесенными электродами (а) и образца в кристаллодержателе (б). Схема подачи сигнала и область засветки кристалла (в).

Эксперименты проводились с помощью разработанной методики на основе метода RCI (рис. 4). Измерения выполнялись на характеристической линии $\text{MoK}_{\alpha 1}$. Поперечный размер падающего на образец пучка составлял около 8 мм. Запись топограмм осуществлялась пиксельным двумерным детектором, содержащим 256×256 пикселей, размер пикселя $55 \times 55 \text{ мкм}^2$.

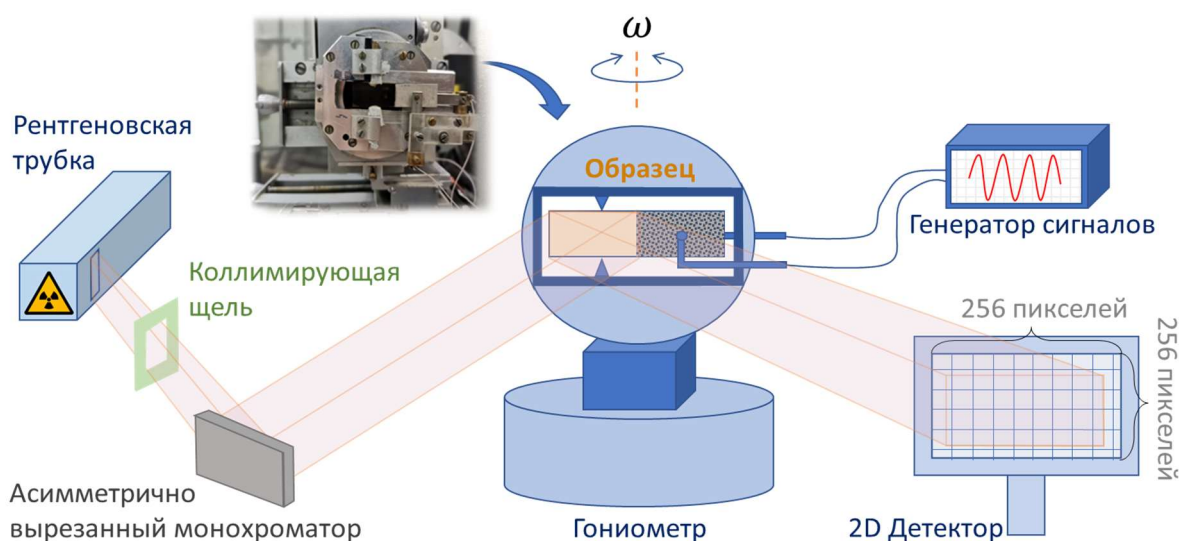


Рисунок 4. Рентгенооптическая схема экспериментальной установки для проведения исследований методом визуализации кривой качания.

В ходе экспериментов регистрировались топографические изображения при разных угловых отстройках образца вокруг точного дифракционного положения (ω -сканирование). Далее полученная серия топограмм разбивалась по пикселям для составления «локальных» кривых качания. Исходя из совокупности «локальных» кривых составлялись карты основных параметров кривой качания (см. рис. 2).

Рентгеновский пучок засвечивал свободную от электродов половину кристалла (рис. 3в). Анализировались атомные плоскости (440) в геометрии на отражение, глубина экстинкции $\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1}) = 7.58$ мкм.

Отмечено, что исследуемый образец имел однородную кристаллическую структуру, т. к. на карте интегральной интенсивности (рис. 5а) отсутствуют резкие скачки контраста. Горизонтальная полоса по центру карты обусловлена особенностями падающего пучка и не берется во внимание. На карте углового положения пика (рис. 5б) явно прослеживается полосчатая структура. Данные полосы обусловлены границей раздела расплав-кристалл, т. е. фронтом кристаллизации. В области этих дефектов угловое положение изменяется на $1-2''$.

На карте полуширины (рис. 5в) наблюдается наиболее выраженный контраст. В случае интегральных по времени измерений данный параметр кривой качания весьма наглядно отражает распределение деформаций при УЗ воздействии. Четко видны области с разными значениями полуширины, на карте наблюдается стоячая волна вдоль длины кристалла. Пучность имеет наибольшее значение полуширины и располагается в центре исследуемой области, а узлы с меньшей полушириной расположены по краям.

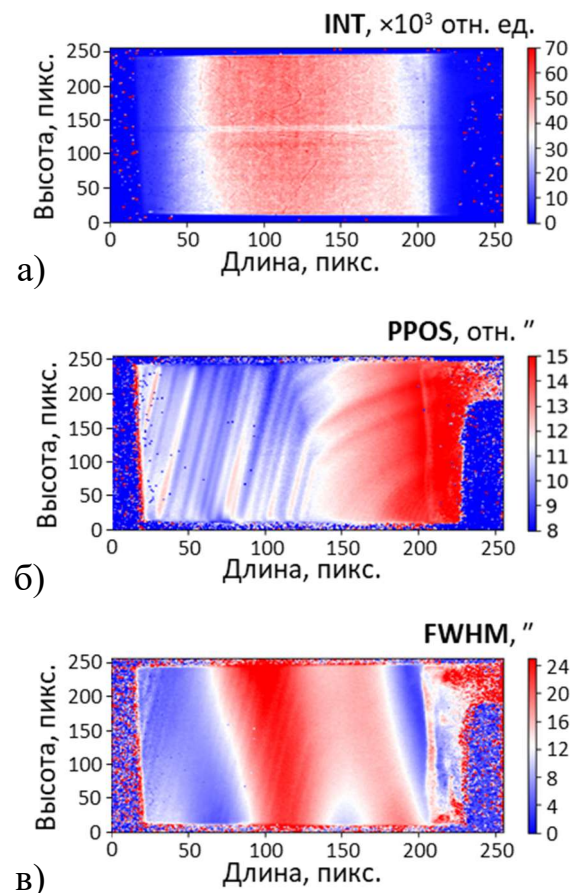


Рисунок 5. Карты основных параметров кривой качания кристалла LGS при низкочастотном УЗ ($f_{\text{res}} = 96.5$ кГц, $U = 13.3$ В), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды: а) карта интегральной интенсивности, б) карта углового положения пика, в) карта полуширины. Размер пикселя 55×55 мкм², вектор дифракции нормален плоскости рисунка.

Сравнение деформаций, возникающих под воздействием УЗ колебаний разных мод (рис. 6), осуществлялось на основании карт полуширины ввиду их наибольшей информативности по сравнению с картами других параметров.

При отсутствии внешних воздействий (рис. 6а) прослеживается изгиб полосчатой структуры в районе области с электродом (справа). Исследуемый кристалл вырезался из периферийной области були, соответственно, изменение направления полос роста обусловлено секториальным ростом [12]. При низкочастотном УЗ (рис. 6б), как отмечалось ранее, в кристалле наблюдается продольная стоячая волна. В случае высокочастотного УЗ (рис. 6в) карта имеет ячеистый характер. Области с высоким значением полуширины имеют форму эллипса с преимущественно вертикальным направлением большой оси. Влияние ростовой полосчатости на распределение деформаций при УЗ воздействии не прослеживается.

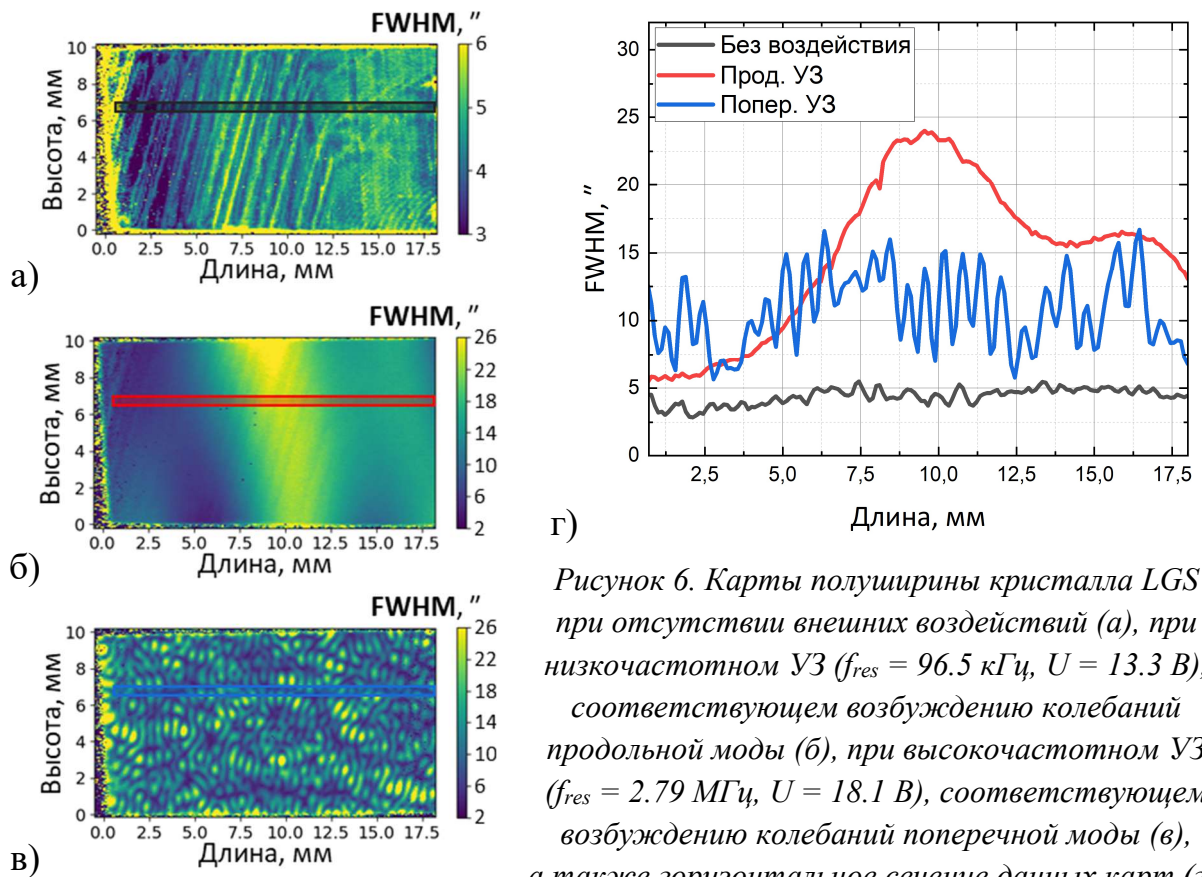


Рисунок 6. Карты полуширины кристалла LGS при отсутствии внешних воздействий (а), при низкочастотном УЗ ($f_{res} = 96.5$ кГц, $U = 13.3$ В), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды (б), при высокочастотном УЗ ($f_{res} = 2.79$ МГц, $U = 18.1$ В), соответствующем возбуждению колебаний поперечной моды (в), а также горизонтальное сечение данных карт (г).

Среднее значение полуширины при отсутствии внешних воздействий составляет 4.5" (рис. 6г, черная кривая). В области дефектов в виде полос роста полуширина варьируется в диапазоне ± 1 " от среднего. Для случая низкочастотного УЗ (красная кривая) полуширина в центральной пучности (область с абсциссой 10 мм) увеличилась до 24", что соответствует относительной деформации $\Delta d/d_0 \approx 1.27 \times 10^{-4}$. Отмечено, что при низкочастотном УЗ форма кривой отличается от симметричной

полусинусоиды (формы распределения деформаций при наличии одной стоячей волны вдоль длины). Наблюдается дополнительная пучность, что связано с интерференцией разных акустических мод [2]. Возникновение «паразитных» мод обусловлено границами кристалла. Их амплитуда может быть заметно меньше амплитуды основной моды, однако из-за меньшей длины волны деформации могут оказаться сравнимыми с продольными деформациями. При высокочастотном УЗ (синяя кривая) «паразитные» моды возникают еще эффективнее, что приводит к образованию достаточно сложной картины высокочастотных локальных минимумов и максимумов [6].

С целью демонстрации возможностей разработанной методики на основе метода RCI на рис. 7 приведены сводные данные для схожих кристаллов LGS из той же партии, но вырезанных из разных частей були. Кристалл ЛГС #2 – образец по размерам аналогичный ранее исследуемому образцу; кристалл ЛГС #3 – образец меньшей толщины, размер $42 \times 10 \times 0.5$ мм³.

При низкочастотном УЗ, соответствующем возбуждению первой гармоники продольных колебаний, вдоль длины наблюдается как минимум 5 (рис. 7а) и ~ 7 (рис. 7б) стоячих волн. Отмечена нелинейность проявления «паразитных» мод: распределение деформаций при воздействии УЗ с частотой, близкой к частоте третьей гармоники продольных колебаний (рис. 7в), имеет достаточно разупорядоченный вид и явно отличается от распределения при первой гармонике (рис. 7а) с учащенными в три раза деформациями вдоль длины кристалла.

Таким образом, показано влияние ультразвуковых колебаний различных мод на кристаллы лангасита: получено пространственное распределение дефектов и деформаций, локализованы узлы и пучности стоячих волн, проведена количественная оценка деформаций [А1].

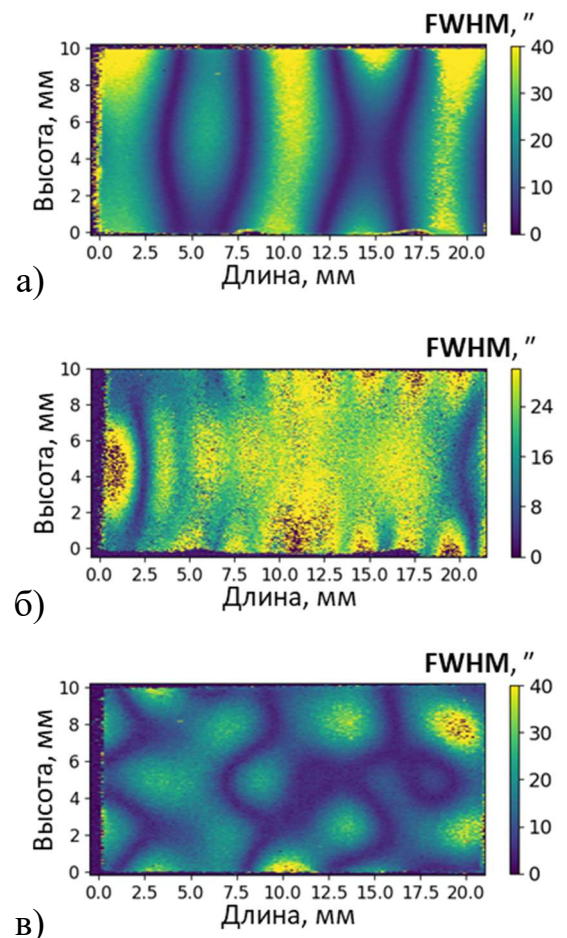


Рисунок 7. Карты полуширины при низкочастотном УЗ:

- а) кристалл LGS #2, $f_{res} = 96.45$ кГц,
- б) кристалл LGS #3, $f_{res} = 95.89$ кГц,
- в) кристалл LGS #2, $f_{res} = 323$ кГц.

В четвертой главе приведены результаты анализа напряжений кристаллической решетки монокристаллов кварца (SiO_2) в условиях ультразвукового воздействия. Кварц является наиболее часто используемым материалом в пьезотехнике ввиду относительной доступности, высокой добротности и возможности выращивания кристаллов большого размера оптического качества. Также кварц хорошо зарекомендовал себя в качестве материала для изготовления АЭРО. Ранее с помощью кварцевых резонаторов были успешно показаны возможности управления различными параметрами рентгеновского пучка [3, 6].

В работе использовались два кристалла кварца (рис. 8), выращенные гидротермальным способом. Первый – прямоугольный кристалл размером $38 \times 10 \times 0.5 \text{ мм}^3$, отклонение торцевых граней от плоскопараллельности более 50 мкм, срез XYtwl $-18.5^\circ/0^\circ/0^\circ$. При данном срезе компонента упругой податливости S_{24} обращается в ноль, что уменьшает нежелательную связь продольных колебаний с колебаниями сдвига [2]. Второй – круглый кристалл X-среза диаметром 15.5 мм и толщиной 0.65 мм. Исследование деформаций при колебаниях продольной моды осуществлялось на кристалле прямоугольной формы, а при колебаниях поперечной моды – круглой. Кристаллодержатель для образца круглой формы (рис. 8г) был оснащен кольцевыми контактами.

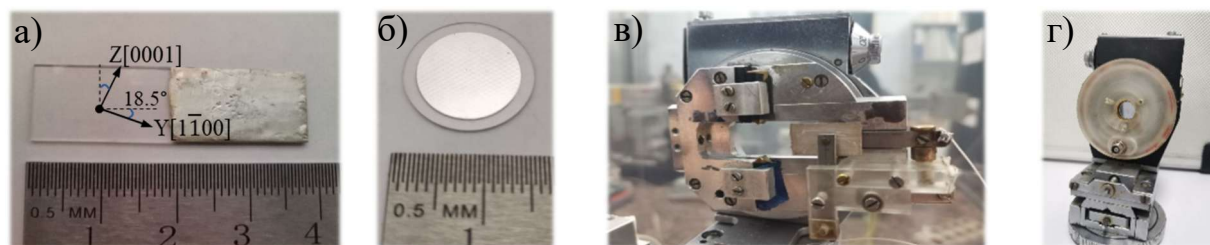


Рисунок 8. Фотографии образцов кварца с нанесенными электродами (а – прямоугольный, б – круглый) и образцов в кристаллодержателе (в и г соответственно).

Анализ деформационного поведения кристаллов проводился с помощью разработанной методики на основе метода визуализации кривой качания. Соответственно, использовалась рентгенооптическая схема, идентичная схеме из предыдущей главы (рис. 4).

Для прямоугольного образца анализировались атомные плоскости (330) и (220) в геометрии на отражение и (400) в геометрии на прохождение, для круглого – (020) в геометрии на прохождение. В экспериментах с образцом круглой формы рентгеновский пучок засвечивал покрытую электродами центральную область кристалла.

В образце прямоугольной формы прослеживаются наклонные полосы роста (рис. 9а). Также наблюдается вертикальная полоса рядом со свободным краем, она связана с особенностями дифракции от торцевой области кристалла. При низкочастотном УЗ (рис. 9б) отчетливо видны области с высоким значением полуширины, они соответствуют пучностям стоячих волн, возникающих в кристалле. Наличие нескольких пучностей обусловлено интерференцией разных акустических мод. Для исследуемого образца кварца «паразитные» моды сильно проявляются даже на основной гармонике продольных колебаний, что связано в первую очередь с низкой плоскопараллельностью торцевых граней. Полуширина в области центральной пучности увеличилась с 10" до 28.5" (рис. 9в), что соответствует относительной деформации $\Delta d/d_0 \approx 0.93 \times 10^{-4}$. Значения полуширины в узлах стоячих волн близки к значениям полуширины для случая без внешнего воздействия. То есть в данных областях кристалл не деформируется, что действительно соответствует определению узла стоячей волны.

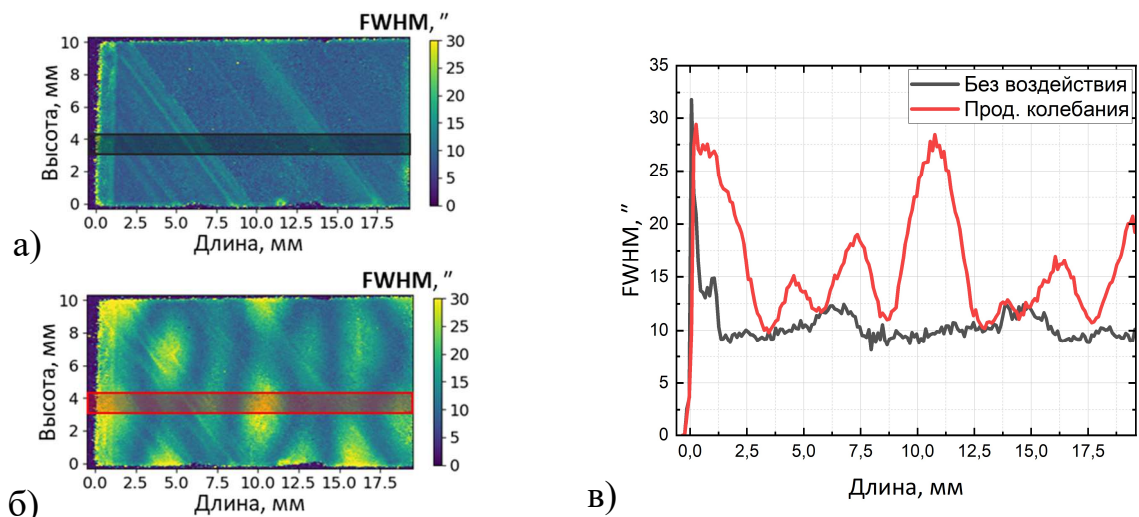


Рисунок 9. Карты полуширины кривой качания, полученные для рефлекса (330) прямоугольного образца в геометрии на отражение, при отсутствии внешних воздействий (а) и при низкочастотном УЗ ($f_{res} = 122.77$ кГц, $U = 45$ В), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды (б), а также горизонтальное сечение данных карт (в).

Распределение деформаций при низкочастотном УЗ, полученное для рефлекса (220), имело аналогичный вид (рис. 9б), но относительная деформация в центральной пучности составила $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$. Большее значение деформации по сравнению со случаем для рефлекса (330) обусловлено разной глубиной экстинкции ($\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1})_{(330)} = 246.37$ мкм, $\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1})_{(220)} = 164.25$ мкм).

При проведении экспериментов в геометрии на прохождение (рис. 10) для исследования свободной от электродов области целиком проводилось

несколько измерений при смещении кристалла относительно пучка. Затем карты, полученные от соседних участков, сшивались. Полуширина в пучности с максимальной деформацией увеличилась с 5.5" до 31" (рис. 10в), что соответствует относительной деформации $\Delta d/d_0 \approx 1.74 \times 10^{-4}$. Полуширина в узлах стоячих волн равна полуширине для случая без внешнего воздействия.

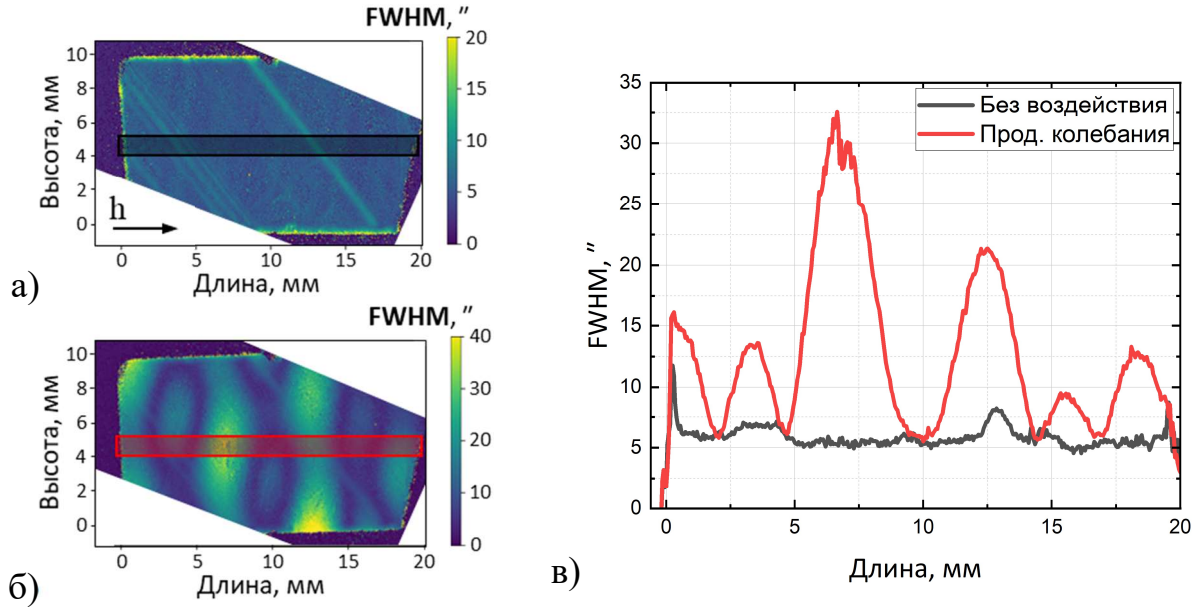


Рисунок 10. Карты полуширины кривой качания, полученные для рефлекса (400) прямоугольного образца в геометрии на прохождение, при отсутствии внешних воздействий (а) и при низкочастотном УЗ ($f_{res} = 122.77$ кГц, $U = 45$ В), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды (б), а также сечение данных карт (в). Стрелкой показано направление вектора дифракции h .

Максимальная относительная деформация, полученная в геометрии на прохождение, больше, чем в случае геометрии на отражение. Разница, помимо прочего, может быть связана с тем, что в геометрии на прохождение достигалось большее пространственное разрешение, а также направление вектора дифракции близко к направлению возникающих «первичных» деформаций вдоль длины кристалла. Картины деформаций при низкочастотном УЗ, соответствующем возбуждению колебаний продольной моды, полученные в разных геометриях, имеют схожий вид [A2].

В образце круглой формы отмечено наличие царапин на электродах (рис. 11а), они имеют неупорядоченное расположение и направление. Также наблюдаются полосы роста (рис. 11в). При высокочастотном УЗ характерное ячеистое распределение деформаций (результат интерференции разных акустических мод) прослеживается только на карте интегральной интенсивности (рис. 11г). На данной карте виден результат эффекта рентгеноакустического перераспределения [13], заключающегося в увеличении интенсивности дифрагированного пучка за счет уменьшения

коэффициента линейного поглощения. Интенсивность излучения от исследуемой области увеличилась в 2 раза.

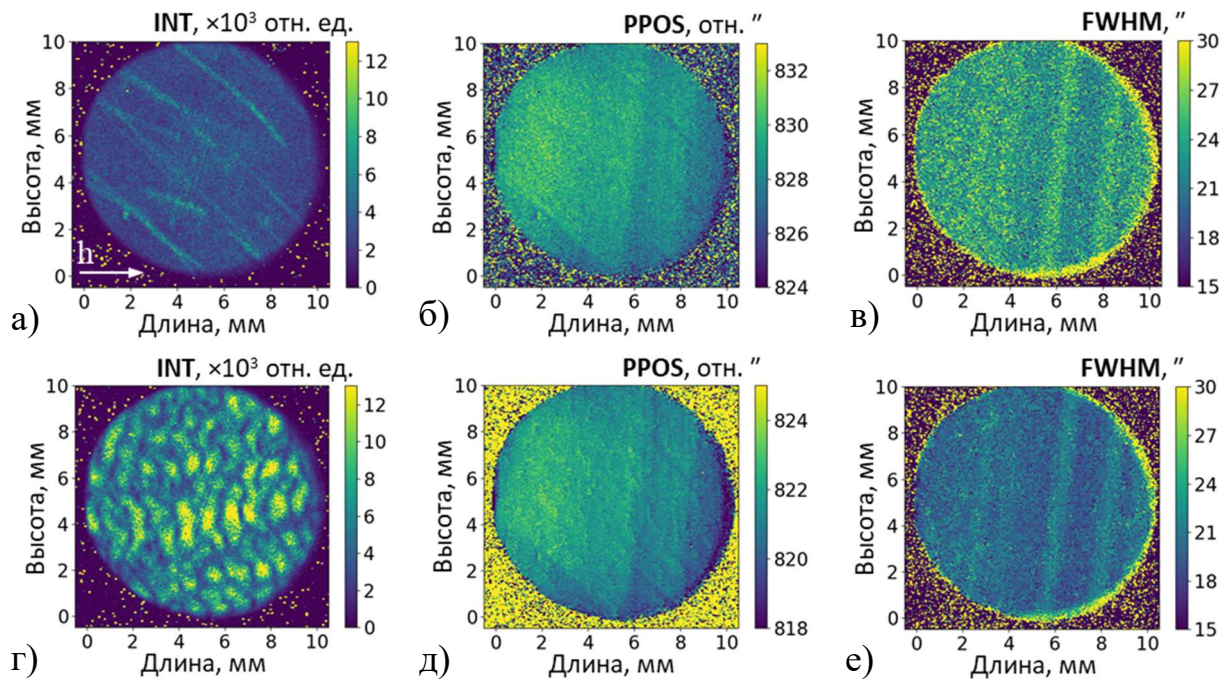


Рисунок 11. Карты основных параметров кривой качения, полученные для рефлекса (020) круглого образца в геометрии на прохождение, при отсутствии внешних воздействий (а – карта интегральной интенсивности, б – карта углового положения пика, в – карта полуширины) и при высокочастотном УЗ ($f_{res} = 4.394$ МГц, $U = 10$ В), соответствующем возбуждению колебаний поперечной моды (г-е – аналогичные параметры).

В случае геометрии на прохождение, на карте полуширины, полученной для кристалла кварца при колебаниях поперечной моды (рис. 11е), стоячие волны не прослеживаются. Их отсутствие может быть обусловлено малым значением относительной деформации вдоль вектора дифракции [A2]. Для случая геометрии на отражение наблюдается обратное: на карте полуширины, полученной для кристалла лангасита при колебаниях поперечной моды, стоячие волны присутствуют (рис. 6в). Исходя из разницы в распределении деформаций при продольных и поперечных колебаниях, было выдвинуто предположение о потенциальном совмещении двух типов УЗ колебаний в одном резонаторе. Проверке данной гипотезы посвящена следующая глава.

В пятой главе подробно описана концепция комбинированного элемента, в котором одновременно возбуждаются ортогональные друг другу продольные и поперечные колебания. Такой элемент сочетает высокую светосилу и возможность управления параметрами рентгеновского излучения.

Для изготовления первого прототипа монолитного комбинированного АЭРО был выбран монокристалл кварца Х-среза размером $38.35 \times 10.5 \times 1.05$ мм³. На лицевые поверхности пластины были нанесены две пары электродов.

Одна пара использовалась для подвода низкочастотного сигнала килогерцового диапазона (частота продольных колебаний), а другая для подвода высокочастотного сигнала мегагерцового диапазона (частота поперечных или «толщинных» колебаний) (рис. 12).

Исследование особенностей дифракции рентгеновского излучения от кварцевого резонатора при условии возбуждения в нем продольных и «толщинных» УЗ колебаний, включая их одновременное возбуждение, проводилось с помощью метода прецизионной двухкристальной рентгеновской дифрактометрии (рис. 13). Измерения проводились в геометрии на прохождение, анализировался рефлекс (101).

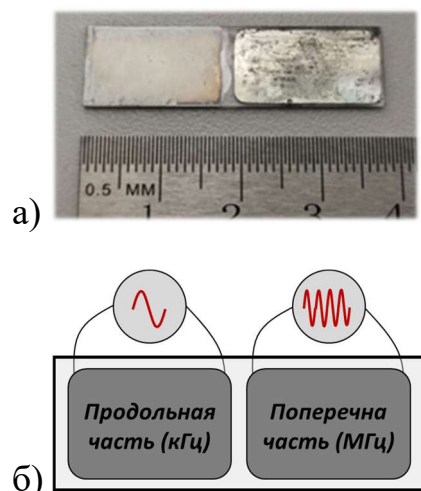


Рисунок 12. Фотография образца кварца с двумя парами электродов (а) и схематичное изображение рентгенооптического элемента, в котором возбуждаются два типа колебаний (б).

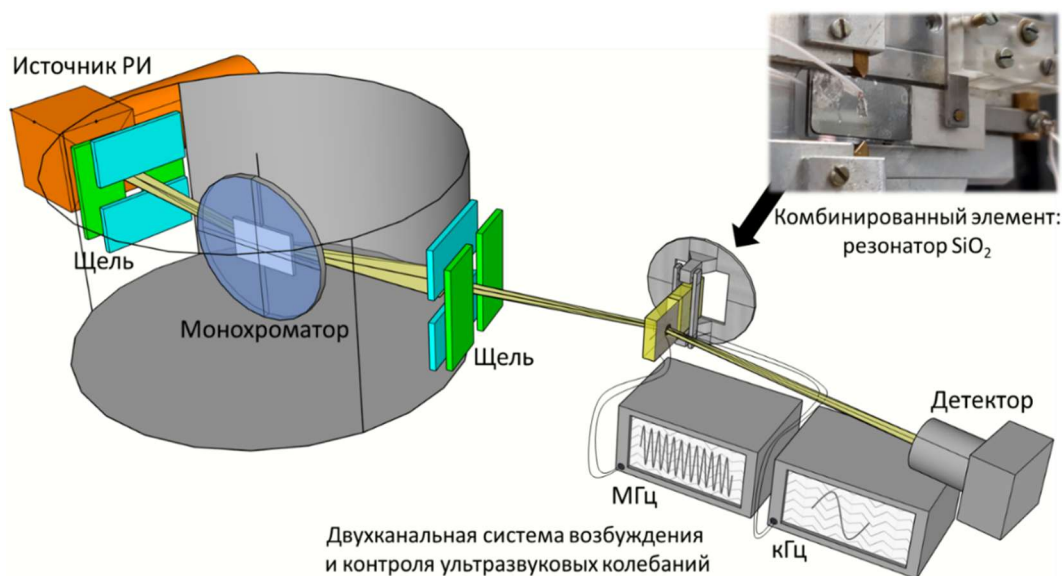


Рисунок 13. Рентгенооптическая схема на основе двухчастотного кварцевого резонатора.

Исходя из данных о полуширине кривой качания (рис. 14б) отмечено, что при продольном УЗ (красная кривая) в области между двумя парами электродов образуется узел стоячей волны ($FWHM_{\text{Прод. УЗ}} \approx FWHM_{\text{Нет сигналов}}$), а «толщинный» УЗ (синяя кривая) почти не влияет на данный параметр кривой качания. В области максимальной деформации от продольных колебаний полуширина увеличилась с 9.6 угл. с. до 24 угл. с., соответственно, рентгеновский пучок при дифракции от данной области варьируется по углу в диапазоне ± 7.2 угл. с. Распределение полуширины при возбуждении сразу

двух типов колебаний (зеленая кривая) практически полностью совпадает с распределением, полученным при воздействии только продольного УЗ. Учитывая ориентацию исследуемого рефлекса, именно продольные колебания значительно влияют на полуширину кривой качания, так как при данном воздействии «первичные» деформации (колебания параметра решетки d по типу сжатие-растяжение) направлены вдоль длины, то есть вдоль вектора дифракции. Таким образом, одновременное возбуждение продольных и «толщинных» колебаний не вызывает существенных изменений в наблюдаемом распределении деформаций в кристалле.

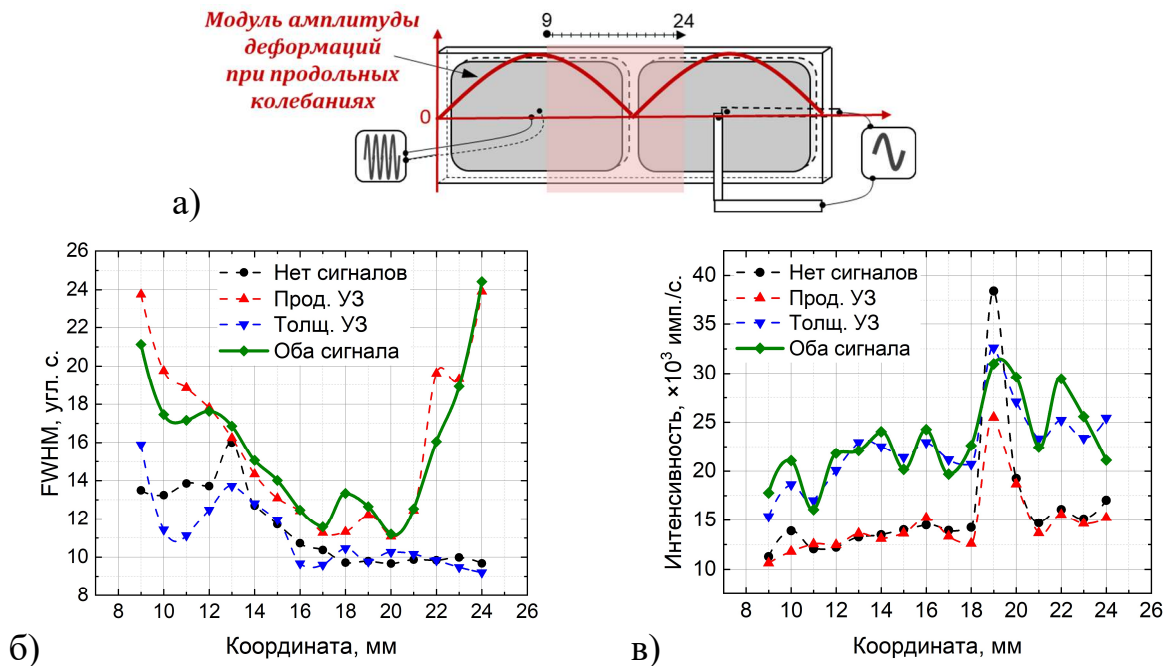


Рисунок 14. Исследуемая область между двумя парами электродов (а); Продольное распределение полуширины (б) и интенсивности пика (в) кривой качания вдоль поверхности образца: при отсутствии внешних воздействий (черная кривая), при продольных УЗ колебаниях ($f_{res} = 132.098$ кГц, $U = 15$ В) (красная кривая), при «толщинных» УЗ колебаниях ($f_{res} = 2.781$ МГц, $U = 15$ В) (синяя кривая), при одновременном воздействии двух типов колебаний (зеленая кривая).

Данные об интенсивности пика кривой качания (рис. 14в) демонстрируют увеличение интенсивности дифрагированного пучка за счет эффекта рентгеноакустического перераспределения [13]. Этот эффект прослеживается как при возбуждении только «толщинных» колебаний (синяя кривая), так и при возбуждении сразу двух типов колебаний (зеленая кривая). В среднем интенсивность пучка увеличилась в 1.5 раза относительно результатов, полученных без УЗ воздействия (черная кривая), причем увеличение имеет периодический характер. На рис. 14в точка с координатой 19 мм выбивается из общей картины, так как она соответствует области между двумя парами электродов, где нет металлического напыления.

Отдельно приведены кривые качания в точке, где продольный УЗ вызывает наибольшую деформацию решетки, т. е. в пучности стоячей волны (рис. 15). При возбуждении только продольных колебаний (красная кривая) наблюдается характерное двугорбое уширение кривой качания, которое происходит вследствие гармонических колебаний по типу сжатие-растяжение параметра d , и, согласно закону Вульфа-Брэгга, угла дифракции θ_{Br} в определенном диапазоне $\Delta\theta$. При интегральной записи кривой качания регистрируются все углы из данного диапазона с

сохранением гармонического характера колебаний, соответственно, крайние пики двугорбой кривой отвечают положениям максимального сжатия и растяжения. При возбуждении только «толщинных» колебаний (синяя кривая) происходит увеличение интенсивности рентгеновского излучения.

При одновременном возбуждении двух типов колебаний результаты демонстрируют увеличение интенсивности дифрагированного пучка до двух раз (зеленая кривая). При этом форма кривой качания практически не изменяется, т. е. в кристалле остается неизменным гармонический характер колебаний параметра решетки от воздействия продольного УЗ. Слабое влияния двух мод друг на друга обусловлено в первую очередь ортогональностью направлений колебаний, а также большим разделением резонансных частот. Данные обстоятельства показывают перспективность разработки и применения комбинированного адаптивного рентгенооптического элемента, способного одновременно управлять и угловым положением, и интенсивностью дифрагированного излучения [А3].

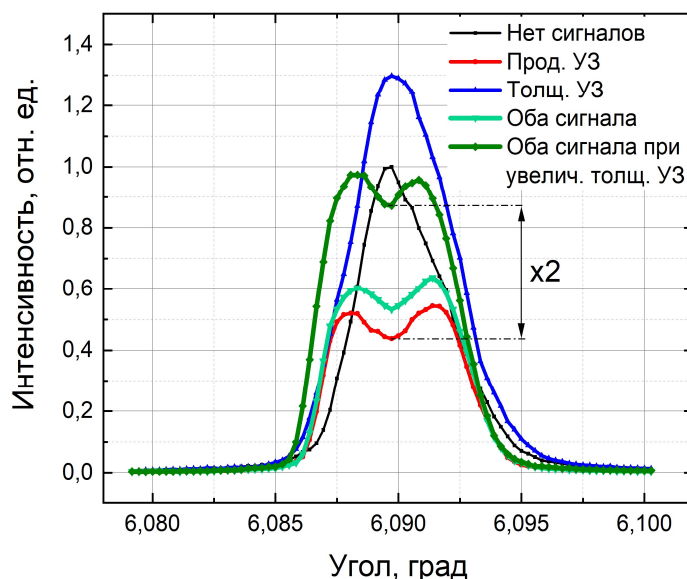


Рисунок 15. Кривые качания образца: при отсутствии внешних воздействий (черная кривая), при продольных УЗ колебаниях ($f_{res} = 132.1$ кГц, $U = 45$ В) (красная кривая), при «толщинных» УЗ колебаниях ($f_{res} = 2.774$ МГц, $U = 35$ В) (синяя кривая), при одновременном воздействии двух типов колебаний с такими же частотами и напряжениями (бирюзовая кривая), при одновременном воздействии двух типов колебаний, напряжение сигнала «толщинного» УЗ увеличено до 100 В (зеленая кривая).

В заключении приведены основные результаты работы:

1. Разработана и реализована методика исследования деформационного поведения кристаллов в условиях ультразвукового воздействия на основе метода визуализации кривой качания. Представленная методика позволяет получать распределение неоднородностей кристаллической решетки с пространственным разрешением до 55 мкм^2 , а также проводить количественную оценку возникающих деформаций.

2. Установлено пространственное распределение ультразвуковых деформаций в кристаллах лангасита ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$) и кварца (SiO_2) при возбуждении колебаний разного типа. При каждом типе колебаний в исследуемых кристаллах отмечено присутствие «паразитных» мод.

3. Определено значение максимальной относительной деформации при колебаниях продольной моды: для кристалла лангасита $\Delta d/d_0 \approx 1.27 \times 10^{-4}$ при $U = 13.3 \text{ В}$, для кристалла кварца $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$ при $U = 45 \text{ В}$. Высокое значение деформации кристалла лангасита указывает на перспективность данного материала для создания адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО) на основе упругих колебаний.

4. Создан прототип двухчастотного монолитного АЭРО, основанный на ультразвуковых колебаниях разных мод. Показана принципиальная возможность возбуждения в одном комбинированном АЭРО одновременно двух волн, имеющих ортогональное направление колебаний, с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого типа колебаний как в отдельности, так и совместно.

5. Продемонстрирована возможность использования прототипа двухчастотного монолитного АЭРО для одновременного быстрого in-situ управления как угловым положением за счет колебаний продольной моды, так и интенсивностью дифрагированного рентгеновского излучения за счет колебаний поперечной моды. Достигнутые результаты: регулирование интегральной интенсивности с возможностью увеличения до двух раз, варьирование углового положения в диапазоне $\pm 7.2''$.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:

A1. Новые возможности для анализа деформаций колеблющихся кристаллов с помощью рентгеновской визуализации кривой качания / Я. А. Элиович, И. И. Петров, **В. А. Коржов**, В. И. Аккуратов, Ю. В. Писаревский // Письма в ЖЭТФ. – 2024. – Т. 120. – № 5. – С. 377-381.

A2. Метод визуализации кривой качания для исследования напряжений кристаллической решетки кристаллов кварца при упругих электромеханических колебаниях / **В. А. Коржов**, Я. А. Элиович, И. И. Петров, Ю. В. Писаревский // Физические основы приборостроения. – 2025. – Т. 14. – № 3. (57).

А3. Изучение особенностей дифракции рентгеновских лучей в кристалле кварца, модулированном продольными и поперечными ультразвуковыми колебаниями / Я. А. Элиович, А. Е. Благов, В. Р. Кочарян, А. С. Гоголев, А. В. Таргонский, А. Е. Мовсисян, **В. А. Коржов**, А. Г. Мкртчян, М. В. Ковальчук // Письма в ЖЭТФ. – 2022. – Т. 115. – № 3. – С. 170-175.

А4. Патент № 2843322 РФ, Способ контроля объемного распределения носителей заряда и деформаций в кристаллах / А. Г. Куликов, В. И. Аккуратов, **В. А. Коржов**, Ю. В. Писаревский. – опубл. 11.07.2025.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Новый метод измерения кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки / М. В. Ковальчук, А. В. Таргонский, А. Е. Благов [и др.] // Кристаллография. – 2011. – Т. 56. – № 5. – С. 886-889.
- [2] Рентгеноакустические резонаторы для управления пространственными характеристиками рентгеновского излучения / А. Е. Благов, А. Н. Даринский, М. В. Ковальчук [и др.] // Акустический журнал. – 2013. – Т. 59. – № 5. – С. 561-568.
- [3] Развитие ультразвуковых методов сканирования длины волны рентгеновского излучения / А. Е. Благов, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков [и др.] // Кристаллография. – 2017. – Т. 62. – № 6. – С. 870-875.
- [4] Adaptive X-Ray Optical Elements Based on Bending Piezoactuators: Possibilities and Prospects of Practical Application / Y. A. Eliovich, A. E. Blagov, A. G. Kulikov [et al.] // Crystallography Reports. – 2022. – Vol. 67. – № 7. – P. 1041-1060.
- [5] Triple crystal high resolution x-ray diffraction setup based on adaptive bending X-ray optics (ABXO) elements functioning in fully resonant mode / I. A. Eliovich, I. I. Petrov, V. I. Akkuratov [et al.] // Measurement. – 2025. – Vol. 256, Part B. – P. 118255.
- [6] Distribution of Deformations in the Oscillating X-Ray Acoustic Element Based on the X-Cut Quartz Crystal / A. R. Mkrtychyan, A. E. Blagov, V. R. Kocharyan [et al.] // J. of Contemp. Phys. (Armenian Academy of Sciences). – 2019. – Vol. 54. – № 2. – P. 210-218.
- [7] μm -resolved high resolution X-ray diffraction imaging for semiconductor quality control / D. Lübbert, T. Baumbach, J. Härtwig [et al.] // Nucl. Instrum. Meth. B. – 2000. – Vol. 160. – № 4. – P. 521-527.
- [8] A. A. Kaloyan, K. M. Podurets, I. A. Prokhorov [et al.] // Crystal Research and Technology. – 2018. – Vol. 53. – № 11. – P. 1800154.
- [9] M. G. Tsoutsouva, V. A. Oliveira, J. Baruchel [et al.] // Applied Crystallography. – 2015. – Vol. 48. – № 3. – P. 645-654.
- [10] В. В. Лидер // Физика твердого тела. – 2021. – Т. 63. – № 2. – С. 165-190.
- [11] Langasite-type materials: from discovery to present state / B. V. Mill, Y. V. Pisarevsky // IEEE International Frequency Control Symposium and Exh. – IEEE, 2000. – P. 133-144.
- [12] C. Klemenz, M. Berkowski, B. Deveaud-Pledran [et al.] // IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition. – IEEE, 2002. – P. 301-306.
- [13] Полное зеркальное отражение излучения ангстремных длин волн на ультразвуковой сверхрешетке в случае Лауэ-геометрии / А. Р. Мкртчян, М. А. Навасардян, Р. Г. Габриелян [и др.] // Письма в ЖТФ. – 1983. – Т. 9. – № 19. – С. 1181-1184.