

Курчатовский комплекс кристаллографии и фотоники  
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»  
(НИЦ «Курчатовский институт»)

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

ДИССЕРТАЦИЯ  
на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

член-корреспондент РАН, профессор Ковальчук Михаил Валентинович

Москва 2026

## Оглавление

|                                                                                                                                                                        |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Введение .....</b>                                                                                                                                                  | <b>4</b>  |
| <b>Глава I. Кристаллы под воздействием упругих колебаний, рентгенодифракционные методы анализа совершенства кристаллической структуры .....</b>                        | <b>13</b> |
| 1.1 История развития представления о кристаллах.....                                                                                                                   | 13        |
| 1.2 Кристаллические материалы в условиях внешних воздействий .....                                                                                                     | 15        |
| 1.3 Пьезоэлектрический эффект и акустические волны в кристаллах .....                                                                                                  | 17        |
| 1.4 Электромеханические резонансные колебания кристаллов, области применения .....                                                                                     | 20        |
| 1.5 Адаптивная рентгеновская оптика на основе упругих колебаний .....                                                                                                  | 22        |
| 1.5.1 Резонаторы продольных колебаний.....                                                                                                                             | 23        |
| 1.5.2 Элементы на основе изгибных колебаний .....                                                                                                                      | 31        |
| 1.5.3 Резонаторы поперечных колебаний.....                                                                                                                             | 35        |
| 1.5.4 Основные функциональные параметры адаптивных элементов рентгеновской оптики .....                                                                                | 37        |
| 1.6 Возможности рентгеновских методов исследования.....                                                                                                                | 39        |
| 1.6.1 Двухкристальная рентгеновская дифрактометрия.....                                                                                                                | 41        |
| 1.6.2 Двухкристальная рентгеновская дифракционная топография.....                                                                                                      | 44        |
| 1.6.3 Сочетание преимуществ дифрактометрии и топографии .....                                                                                                          | 46        |
| 1.6.4 Подходы для исследования объектов в условиях внешних воздействий: накачка-зондирование, стробоскопия, интегральные измерения.....                                | 50        |
| Выводы к главе 1 .....                                                                                                                                                 | 54        |
| <b>Глава II. Методика для исследования деформаций кристаллических материалов под воздействием упругих колебаний на основе метода визуализации кривой качания .....</b> | <b>57</b> |
| 2.1 Метод визуализации кривой качания .....                                                                                                                            | 57        |
| 2.2 Принцип обработки данных, полученных методом визуализации кривой качания .....                                                                                     | 58        |
| 2.2.1 Программная реализация обработки данных.....                                                                                                                     | 61        |
| 2.3 Комплексный анализ влияния переменных механических нагрузок на кристаллическую решетку .....                                                                       | 62        |
| 2.4 Аппаратно-методическая основа для реализации методики на основе визуализации кривой качания.....                                                                   | 65        |

|                                                                                                                                                                                     |            |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 2.4.1 Модернизация системы управления дифрактометром .....                                                                                                                          | 66         |
| Выводы к главе 2 .....                                                                                                                                                              | 68         |
| <b>Глава III. Анализ с помощью метода визуализации кривой качания деформационного поведения монокристаллов лангасита при ультразвуковых колебаниях.....</b>                         | <b>70</b>  |
| 3.1 Новый материал для адаптивной рентгеновской оптики .....                                                                                                                        | 70         |
| 3.2 Предварительные исследования методом двухкристальной дифрактометрии .....                                                                                                       | 72         |
| 3.3 Методика проведения экспериментов с помощью модифицированного метода визуализации кривой качания.....                                                                           | 75         |
| 3.4 Рентгеновская топография монокристалла лангасита при ультразвуковых колебаниях разных частот.....                                                                               | 78         |
| 3.5 Рентгеновская топография монокристаллов лангасита под низкочастотным ультразвуковым воздействием .....                                                                          | 82         |
| Выводы к главе 3 .....                                                                                                                                                              | 85         |
| <b>Глава IV. Исследование напряжений кристаллической решетки монокристаллов кварца (SiO<sub>2</sub>) при ультразвуковом воздействии методом визуализации кривой качания .....</b>   | <b>87</b>  |
| 4.1 Описание образцов и методика проведения экспериментов.....                                                                                                                      | 87         |
| 4.2 Исследование деформационного поведения монокристалла кварца (SiO <sub>2</sub> ) при низкочастотном ультразвуковом воздействии .....                                             | 88         |
| 4.3 Исследование деформационного поведения монокристалла кварца (SiO <sub>2</sub> ) при высокочастотном ультразвуковом воздействии .....                                            | 93         |
| Выводы к главе 4 .....                                                                                                                                                              | 95         |
| <b>Глава V. Разработка и тестирование прототипа комбинированного адаптивного элемента рентгеновской оптики, основанного на совмещении двух типов ультразвуковых колебаний .....</b> | <b>97</b>  |
| 5.1 Комбинированный рентгенооптический элемент .....                                                                                                                                | 97         |
| 5.2 Методика проведения экспериментов .....                                                                                                                                         | 100        |
| 5.3 Экспериментальные результаты.....                                                                                                                                               | 101        |
| Выводы к главе 5 .....                                                                                                                                                              | 105        |
| <b>Заключение.....</b>                                                                                                                                                              | <b>106</b> |
| <b>Выводы .....</b>                                                                                                                                                                 | <b>108</b> |
| <b>Список литературы .....</b>                                                                                                                                                      | <b>110</b> |

## Введение

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, быстроедействие. 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. Таким образом, каждый из этих классов методов не позволяет достаточно эффективно характеризовать наблюдаемые в кристалле особенности, возникающие, например, в условиях внешних воздействий. Подобные исследования являются актуальной задачей современного прикладного материаловедения.

Следует отметить, что до последнего времени не удавалось полностью реализовать разрешающую способность рентгеновских методов, чтобы детально увидеть и разделить отдельные виды дефектов: точечные, линейные, поверхностные и объемные. Рентгеновская дифрактометрия позволяет получить кривую качания – «паспортную» характеристику кристалла. Ее полуширина является параметром, определяющим степень структурного совершенства кристалла. Более детальная информация о дефектах требует не только повышения когерентности рентгеновского пучка, но и развития новых методов исследования.

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**

#### **Цели работы:**

- модификация метода визуализации кривой качания, позволяющая проводить исследования рентгенодифракционных характеристик кристаллических материалов в условиях внешних воздействий;
- расширение возможностей по управлению параметрами рентгеновского пучка.

#### **Задачи работы:**

- разработка на основе метода визуализации кривой качания методики для исследования деформационного поведения кристаллов в условиях переменных механических воздействий, которая позволит с высоким пространственным разрешением определять их рентгенодифракционные характеристики;
- применение предложенной методики для проведения анализа напряжений кристаллической решетки ряда перспективных для микроэлектроники, акустоэлектроники и рентгеновской адаптивной оптики материалов в условиях ультразвукового воздействия;
- разработка методической основы и создание комбинированного монолитного АЭРО, позволяющего 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 ( $\text{SiO}_2$ ) 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 поведения различных устройств микроэлектроники и акустоэлектроники на основе кристаллических материалов и прогнозирования их функционирования 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  $55 \text{ мкм}^2$ .

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: 64-я конференция МФТИ (2021, Москва), 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, третье место в номинации «Краткое и яркое научное сообщение» в 2022 году), Курчатовский форум синхротронных и нейтронных исследований (2023-2025, Москва), Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации (2024 и 2025, Суздаль). Материалы данной работы были удостоены третьей премии в молодежной секции конкурса научных работ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в 2023 году. Также материалы диссертации представлены в грантах Министерства образования и науки Российской Федерации № 075-15-2021-1362 и № 075-15-2024-637.

### **Основные результаты работы отражены в следующих публикациях:**

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

**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).

**A3.** 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.

**A4.** 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.

### **Структура и объем диссертации**

Структурно диссертация включает: введение, пять глав, включающих 36 параграфов, заключение, выводы и список используемых источников. Объем диссертации составляет 120 страниц, включая 50 рисунков и список литературы из 149 наименований.

Глава 1 является обзорной и посвящена описанию направления в рентгеновской адаптивной оптике, связанного с использованием деформаций колеблющихся пьезоэлектрических кристаллов для вариации параметров рентгеновского излучения, а также описанию рентгенодифракционных методов определения степени дефектности кристаллов. Показана возможность сочетания ключевых преимуществ методов рентгеновской

двухкристальной дифрактометрии и топографии для комплексного анализа совершенства кристаллической структуры.

В главе 2 представлена методика на основе метода визуализации кривой качания для исследования рентгенодифракционных характеристик кристаллических материалов в условиях внешних воздействий.

В главе 3 продемонстрировано применение разработанной методики для исследования деформационного поведения монокристаллов ЛГС при ультразвуковых колебаниях.

В главе 4 приведен анализ напряжений кристаллической решетки монокристаллов кварца в условиях ультразвукового воздействия с помощью разработанной методики.

Глава 5 посвящена разработке и тестированию прототипа комбинированного монолитного АЭРО, в котором одновременно возбуждаются ортогональные друг другу продольные и поперечные колебания. Такой элемент сочетает высокую светосилу и возможность управления параметрами рентгеновского излучения.

# **Глава I. Кристаллы под воздействием упругих колебаний, рентгенодифракционные методы анализа совершенства кристаллической структуры**

## **1.1 История развития представления о кристаллах**

Кристаллические вещества являются широко распространенными объектами и имеют глубокое прошлое. Представление о кристаллах берет свое начало с древнейших времен, когда их находили в виде камней или естественных минералов. Изначально эти находки использовались в основном для прикладных целей – изготовление посуды, украшений и орудий [8]. Для создания таких предметов первобытным людям потребовалось освоить процесс обработки камней [9], что, как считается, оказало особое влияние на их когнитивные способности [10]. Также камни нередко наделяли духовными, целебными и мистическими смыслами, их связывали с божествами, использовали как обереги и средства гадания [11]. Например, драгоценные камни располагали на посуде (золотой ковш Михаила Романова) для защиты от отравленной пищи, так как считалось, что камень будет сигнализировать об опасности [12].

Со временем различные сведения о кристаллических веществах стали накапливаться, осмысляться и систематизироваться. Кристаллы стали объектом пристального исследования ряда ученых, которые пытались разгадать их природу. Накопленный багаж позволил сформировать целую новую область знаний – кристаллографию. Среди основополагающих работ можно выделить установление закона постоянства углов в кристаллах [13], открытие спайности и двулучепреломления [14], пьезоэлектричества [15], изоморфизма [16], установление сингоний [17], вывод основных форм пространственных решеток [18], предельных и пространственных групп симметрии [19, 20]. Изначально кристаллография считалась преимущественно умозрительным предметом, заглянуть внутрь кристалла и постичь его

сущность не представлялось возможным. Однако уже в период становления кристаллографии как науки было предположение об атомной структуре вещества: кристалл состоит из малых элементарных частиц. Но данная идея, как часто бывает с новыми гипотезами, не нашла широкого одобрения.

Переломный момент произошел в начале двадцатого века с открытием рентгеновского излучения [21] и явления его дифракции на кристаллической решетке [22]. Последнее достижение окончательно подтвердило трехмерную атомную структуру кристаллов и определило дальнейшее развитие методов анализа кристаллических материалов. Дифракция рентгеновского излучения вывела на качественно новый уровень инструменты их исследования. Появилась возможность напрямую наблюдать строение окружающего мира, что привело к переосмыслению законов физики и мощному импульсу в научном познании, а также в некоторой степени к последующему существенному развитию техники.

Одним из результатов, связанных с развитием кристаллических материалов и оказавших колоссальное влияние на технологический прогресс, стало усовершенствование электроники и открытие в 50-х годах транзистора – полупроводникового устройства для управления электрическим током. Данные устройства благодаря своим превосходным характеристикам (размеры, энергопотребление, надежность) почти полностью вытеснили используемые ранее вакуумные лампы и стали основой большинства электрических схем. Компактность и отработанность процесса монтажа транзисторов открыли путь к миниатюризации электронных устройств на их основе. В современном процессоре располагаются сотни миллиардов транзисторов. Исходя из закона Мура достигнутые значения не являются пределом, хотя рост количества транзисторов на единицу площади в последнее время несколько замедлился.

Таким образом, почти все современные электронные устройства имеют в своем составе кристаллические материалы. Соответственно, степень изученности физики кристаллов напрямую определяет развитие многих отраслей, в особенности высокотехнологичных.

## **1.2 Кристаллические материалы в условиях внешних воздействий**

Кристаллические материалы обладают большим разнообразием физических свойств, вследствие чего они являются базовым компонентом широкого круга электронных приборов. Кристаллы в составе электронных устройств испытывают различные внешние воздействия как функционального характера, так и фоновые в условиях их эксплуатации.

К основным фоновым воздействиям можно отнести атмосферное давление, температуру, влажность. Большинство устройств эксплуатируется в так называемых «нормальных условиях», которые почти не влияют на их работу и указываются в нормативных документах. Также существуют устройства, предназначенные для использования в экстремальных условиях. В таком случае к фоновым внешним воздействиям добавляется, например, вибрация, электромагнитное поле, ионизирующее излучение (актуально для космической отрасли). К воздействиям функционального характера может относиться широкий круг внешних сил. Так, в датчиках полезной нагрузкой будет регистрируемая величина – температура, механическое воздействие, электромагнитное поле, электрический ток, освещенность; в устройствах электроники – переменные и постоянные электрические сигналы; оптики – световой поток. Воздействия функционального характера обычно прописываются в технической документации к устройству, их допустимый диапазон специально ограничивается для обеспечения безопасной работы.

Таким образом, при разработке кристаллических материалов необходимо учитывать их возможные функциональные нагрузки и условия эксплуатации. Соответственно, большое значение имеет процесс

тестирования кристаллов в условиях их планируемого функционирования. Также исследование кристаллов под нагрузкой представляет интерес с фундаментальной точки зрения. Установление первопричин структурных изменений при внешних воздействиях позволит расширить представления о физике кристаллов, что может стать основой для новых технологических возможностей.

Отклик кристалла на внешнее воздействие зависит от его физических свойств, которые, в свою очередь, определяются кристаллической структурой, то есть взаимным расположением атомов и их объединений, и химическим составом кристалла. В реальных кристаллах всегда содержатся дефекты кристаллического строения – отклонение от идеального порядка в расположении атомов. Исходя из размерности дефекты подразделяют на нульмерные (точечные), одномерные (линейные), двумерные (поверхностные) и трехмерные (объемные). Дефекты оказывают сильное влияние на свойства кристаллов. В классических задачах материаловедения наличие дефектов обычно приводит к ухудшению функциональных параметров материалов, поэтому в таких случаях стремятся использовать кристаллы с как можно более совершенной структурой. Однако в высокотехнологичных отраслях дефекты могут играть полезную роль. Например, для усиления проводимости определенного типа в чистый полупроводниковый кристалл намеренно внедряют небольшое количество примеси. Такое искусственное введение дефектов называется легированием полупроводников – ключевой технологический процесс микроэлектроники.

Внешние воздействия зачастую приводят к возникновению механических деформаций в кристаллах (в том числе через вторичные процессы), которые можно разделить на два вида: упругая (обратимая) и пластическая (необратимая). Большая величина пластической деформации приводит к разрушению кристалла, что обычно является нежелательным явлением. Как правило, кристаллы в составе устройства испытывают внешние

воздействия, приводящие к упругим, обратимым деформациям. При исследовании этих деформаций можно сделать вывод о функциональных параметрах образца под нагрузкой.

Среди широкого спектра физических свойств кристаллов, нашедших применение в технике, одним из наиболее распространенных в настоящее время является обратимая связь электрической поляризации и механических деформаций. При внешнем воздействии в виде переменного электрического сигнала данное свойство приводит к возбуждению электромеханических колебаний кристалла, что обусловлено пьезоэлектрическим эффектом.

### **1.3 Пьезоэлектрический эффект и акустические волны в кристаллах**

Явление пьезоэффекта было открыто в 1880 году братьями Кюри, когда они проводили опыты с кристаллами турмалина, кварца, сегнетовой соли. При сжатии и разжатии кристалла они заметили образование электрических зарядов на его противоположных концах. Так впервые наблюдался прямой пьезоэффект – возникновение разности потенциалов при механической деформации кристалла. Годом позже Г. Липпман предугадал, и братья Кюри экспериментально подтвердили существование обратного пьезоэффекта – возникновение механической деформации при создании разности потенциалов. Стоит отметить, что первые исследования велись в статическом положении, работы в динамическом (колебательном) режиме были проведены позже, во время Первой мировой войны. Они имели преимущественно прикладной характер, так как были нацелены на обеспечение связи для подводных лодок.

Прямой и обратный пьезоэффект наблюдается в одних и тех же кристаллах, относящихся к группе пьезоэлектриков. Их основной характерной чертой является отсутствие центра симметрии (т.е. наличие одной или нескольких полярных осей). В противоположных от полярной оси направлениях располагаются ионы с несимметричным зарядом. В

равновесном состоянии их вклад компенсируется и суммарный заряд составляет ноль, кристаллическая ячейка электрически нейтральна. Однако при механическом воздействии, имеющем составляющую вдоль полярной оси, происходит смещение центров тяжести положительных и отрицательных зарядов, что приводит к образованию электрических диполей, кристалл становится поляризованным. Обратная ситуация – приложение поля приводит ионы к смещению, тем самым изменяется параметр решетки кристалла, возникает механическая деформация. Таким образом, кристалл-пьезоэлектрик является природным электромеханическим преобразователем.

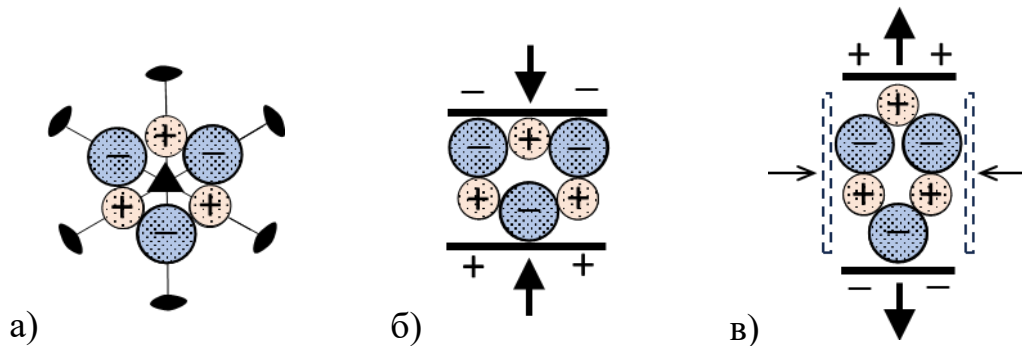


Рисунок 1.1. Схема появления пьезоэффекта при сжатии (б) и растяжении (в) фрагмента структуры кварца (а) вдоль одной из полярных осей 2-го порядка.

При приложении переменного поля в пьезоэлектрических кристаллах образуются упругие бегущие волны (акустические волны). В реальности кристаллы имеют определенные геометрические размеры, и бегущие волны отражаются от границ поверхности. Падающая и отраженная волны складываются, что при определенных условиях приводит к образованию стоячих волн в объеме кристалла. В зависимости от направления распространения волны и направления колебаний частиц среды выделяют стоячие волны разных мод. В реальных кристаллах могут возникать сразу несколько мод, что приводит к достаточно сложному характеру распределения деформаций. Соответственно, для практического применения обратного пьезоэффекта в колебательном режиме обычно стремятся выделить одну конкретную моду на определенной частоте.

Для выделения необходимой моды колебаний необходимо учесть несколько основных факторов: направление прикладываемого переменного электрического сигнала относительно кристаллографических осей, кристаллическую структуру образца, его размеры, форму и срез. Срез устанавливается в процессе вырезания и распиловки образца из слитка, он определяет направление кристаллографических осей относительно плоскостей поверхности. В целом, поворачивая кристалл относительно всех трех пространственных направлений можно получить большое количество срезов с разными свойствами (электромеханические, частотные, температурные и другие). Однако многоповоротные срезы достаточно трудно изготавливать по технологическим причинам – нужна высокая точность позиционирования заготовки. На практике обычно используют типовые одноповоротные срезы с каким-либо характерным параметром, например, наименьший температурный коэффициент частоты (зависимость резонансной частоты от температуры) в определенном диапазоне температур. Таким образом, направление прикладываемого переменного электрического сигнала и кристаллическая структура определяют скорость распространения упругих волн и их направления, а размеры и срез позволяют определить резонансную частоту, выделить одну необходимую моду колебаний, максимально ослабив все остальные нежелательные, а также ослабить влияние температуры на стабильность резонансной частоты.

Стоячие волны классифицируются по месту локализации в кристалле. Выделяются объемные акустические волны (ОАВ) и поверхностные (ПАВ). Последние возбуждаются с помощью специальных встречно-штыревых преобразователей (ВШП), расположенных на поверхности кристалла. В случае ПАВ стоячие волны образуются преимущественно не за счет отражения от границ кристалла, как в ОАВ, а за счет встречного движения волн с разных участков ВШП. Обычно ПАВ являются более

высокочастотными по сравнению с ОАВ, можно сказать, что при их воздействии в кристалле образуется дополнительная дифракционная решетка.

#### **1.4 Электромеханические резонансные колебания кристаллов, области применения**

Пьезоэлектрический эффект применяется во многих сферах, существует целая область техники – пьезотехника. Благодаря интенсивному развитию вычислительных машин и, как следствие, портативным средствам связи весьма широко применение пьезоэффекта в динамическом режиме.

Кристалл, обладающий пьезоэлектрическими свойствами, при воздействии переменного электрического сигнала испытывает электромеханические колебания. При совпадении частоты внешнего сигнала с собственной резонансной частотой кристалла, амплитуда колебаний кристалла многократно увеличивается. Данное резонансное явление нашло широкое применение прежде всего благодаря способности частотной фильтрации и стабилизации электрического сигнала с высокой точностью.

Электронный компонент на основе такого принципа называется кристаллический резонатор. Он представляет собой кристалл-пьезоэлектрик с нанесенными на его поверхность электродами. Кристаллический резонатор является относительно простым и эффективным природным частотным фильтром электрического сигнала с высокой добротностью и малой полосой пропускания. Данные характеристики выгодно отличают его от аналогичных по функционалу устройств, таких как контуры на основных радиотехнических компонентах ( $R$ ,  $L$ ,  $C$ ), параметры которых существенно хуже.

Прежде всего, кристаллические резонаторы применяются в системах связи и радиолокации, основа которых заключается в генерации переменного сигнала определенной частоты, его последующей регистрации и фильтрации от шумов. Кристаллические резонаторы используются на всех этапах, особенно при повышенных требованиях к точности. Другой важной сферой

применения является электроника, где данные компоненты используются для стабилизации опорных, тактовых частот микросхем. Общеизвестным примером являются кварцевые часы: они обладают рекордно высокой точностью счета, уступающей разве что только атомным часам. Помимо частотной фильтрации и стабилизации сигналов, явление пьезоэффекта в динамическом режиме применяется для прецизионного определения некоторых физических величин. Значения величин оцениваются исходя из изменения резонансной частоты колеблющегося резонатора. На таком принципе работают кварцевые микровесы, прецизионные датчики давления и даже бесконтактный атомно-силовой микроскоп.

Также кристаллические резонаторы нашли применение в рентгеновской оптике. При колебаниях в кристалле возникает упругая деформация, которая может выражаться в изменении межплоскостного расстояния  $d$  (деформации сжатия-растяжения) или повороте кристаллических плоскостей (сдвиговые деформации). При отражении рентгеновского излучения (РИ) от колеблющихся кристаллических плоскостей происходит модуляция параметров дифрагированного РИ. В зависимости от вида деформации может варьироваться угловое положение, спектр, интенсивность или фокусное расстояние. Таким образом, с помощью колеблющихся кристаллов имеется возможность контролируемо управлять параметрами РИ, как при использовании стационарной оптики. Например, устройства на основе ПАВ могут использоваться в качестве быстрого затвора для рентгеновского излучения [23]. Такой затвор периодически пропускает изначально непрерывный пучок, как бы нарезая его на отдельные импульсы, частота которых равна частоте ПАВ. Примером использования ПАВ в рентгеновской оптике является монохроматор, способный увеличивать интенсивность дифрагированного излучения [24, 25], а также целый ряд устройств, относящихся к адаптивной рентгеновской оптике.

### 1.5 Адаптивная рентгеновская оптика на основе упругих колебаний

Общим для многих исследовательских методик, основанных на дифракции рентгеновского излучения, является процесс сканирования образца при определенных дифракционных условиях. Базовый пример – измерение кривой качания («паспортной характеристики» кристаллического вещества), традиционная методика ее регистрации разработана давно и с тех пор особо не изменилась. В ходе эксперимента необходимо менять угол падения  $\theta$  рентгеновского луча на образец в малых окрестностях точного брэгговского положения. Обычно изменяется угловое положение образца относительно рентгеновского излучения. В большинстве случаев вариация угла осуществляется сложными механическими гониометрическими системами. Несмотря на постоянное развитие, современные гониометры имеют ограничения по точности и скорости функционирования, что, в свою очередь, является лимитирующим фактором в некоторых случаях, например, при проведении экспериментов по исследованию динамики структуры в условиях внешних воздействий.

Одним из способов преодоления ограничений является подход, основанный на управлении параметрами РИ посредством контролируемого изменения свойств среды его распространения (например, межплоскостного расстояния  $d$  в кристалле, от которого отражается РИ). Изменение параметра кристаллической решетки можно осуществить параметрически путем воздействия внешних сил – ультразвука, электрического поля, температуры и других.

Ультразвуковое воздействие, обусловленное обратным пьезоэффектом, представляется одним из наиболее эффективным и в то же время простым способом влияния на среду контролируемым образом. Параметр решетки при таком воздействии должен варьироваться в некотором диапазоне с постоянным периодом, равным периоду ультразвуковых колебаний. Это дает возможность, например, непрерывно сканировать определенную область

(угловую или спектральную), и в зависимости от фазы колебания определять абсолютные величины сканируемого параметра. Обычно для проведения экспериментов, связанных с рентгеноакустикой, выбираются кристаллы-пьезоэлектрики следующих материалов: ниобат лития ( $\text{LiNbO}_3$ ), кварц ( $\text{SiO}_2$ ), лангасит ( $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ ), лангатат ( $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Te}_{0.5}\text{O}_{14}$ ).

Направлению, связанному с использованием деформаций кристаллов от ОАВ для контролируемого изменения параметров РИ, посвящены многие работы, проводимые в ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН (ныне Курчатовский комплекс кристаллографии и фотоники НИЦ «Курчатовский институт») под руководством М. В. Ковальчука, Ю. В. Писаревского, А. Е. Благова, В. Л. Носика, А. В. Таргонского, Я. А. Элиовича. В рамках этого направления были созданы адаптивные элементы рентгеновской оптики (АЭРО), основанные на рентгеноакустическом взаимодействии, а также разработаны методики проведения экспериментов методами рентгеновской дифрактометрии и спектроскопии с использованием данных элементов. За время работ было создано несколько типов АЭРО, которые отличаются характерной резонансной частотой и возбуждаемой модой колебаний.

### 1.5.1 Резонаторы продольных колебаний

Простейший тип колебаний, который можно возбудить в пластине из пьезоэлектрического материала – это продольные ультразвуковые колебания [26]. Чтобы их получить, изготавливают пластину определенного среза, для которого пьезоэлектрический эффект определяется одним из пьезоэлектрических модулей  $d_{12}$ ,  $d_{13}$ ,  $d_{21}$ ,  $d_{23}$ ,  $d_{31}$  или  $d_{32}$ . Данные модули характеризуют связь между растягивающим (или сжимающим) напряжением и поляризацией в перпендикулярном направлении. Затем на грани получившейся пластины наносят металлические электроды, к которым поджимаются проводники, выполняющие роль фиксации и подвода электрического контакта. Частота собственных колебаний такой пластины

линейно зависит от ее длины, увеличивая длину можно добиться достаточно низких значений частот.

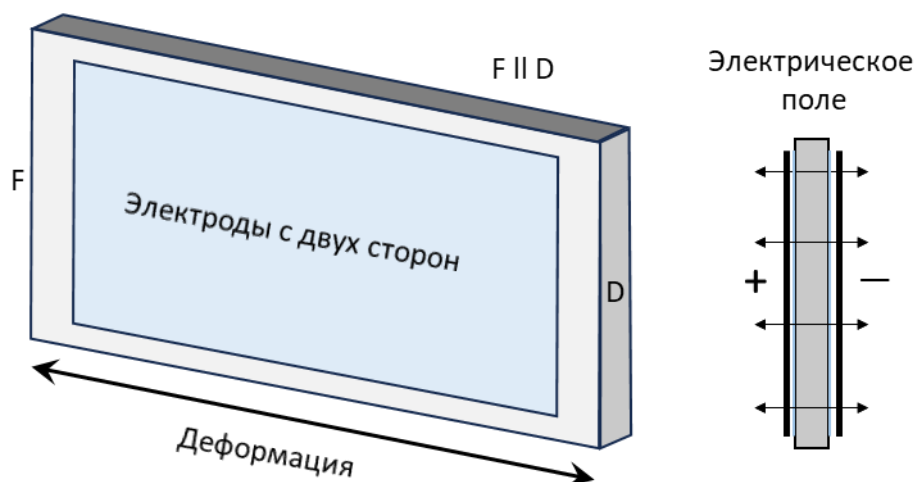


Рисунок 1.2. Схематичное изображение резонатора продольных ультразвуковых колебаний, его электродов и направления прикладываемого электрического поля.

Грани  $F$  и  $D$  являются плоскопараллельными.

Возбуждение в кристалле продольной акустической стоячей волны приводит к колебаниям параметра решетки. Продольные колебания вызывают деформации сжатия и растяжения по длине, соответственно, происходит вариация межплоскостного расстояния  $d$  в диапазоне  $\pm \Delta d$ . При дифракции РИ от продольно колеблющегося кристалла изменение параметра  $d$  приводит к изменению длины вектора дифракции  $h$  (рис. 1.3), что может быть использовано для управления параметрами дифрагированного излучения, например, его угловым положением.

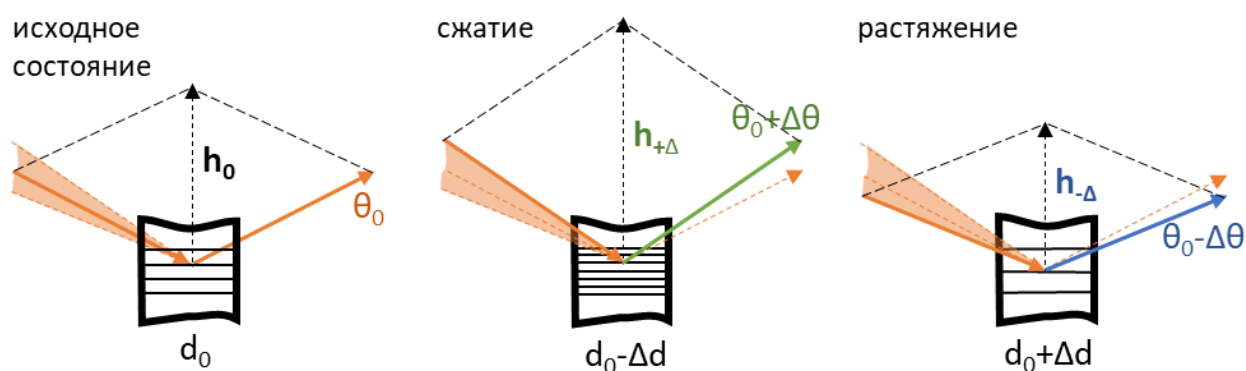


Рисунок 1.3. Изменение длины вектора дифракции при продольных колебаниях, что позволяет управлять угловым положением дифрагированного РИ.

При продольных колебаниях деформации кристаллической решетки изменяются по гармоническому закону  $\Delta d = A \sin(\Phi + \Phi_0)$ , ( $\Phi = \omega t$ ,  $\omega$  – частота колебаний,  $t$  – время,  $\Phi_0$  – начальная фаза колебаний,  $A$  – амплитуда деформации) и фактически зависят от фазы колебаний  $\Phi$ . Соответственно, итоговая вариация межплоскостного расстояния составляет  $\delta d = d_0 + \Delta d$ , ( $d_0$  – межплоскостное расстояние в отсутствие колебаний). В соответствии с условием Вульфа-Брэгга, так же в зависимости от фазы колебаний по гармоническому закону будет меняться угол дифракции при фиксированной длине волны  $\lambda$ :  $\delta\theta = \arcsin(\frac{\lambda}{2\delta d})$ . Стоит отметить, данный случай преимущественно применим для РИ с угловой расходимостью, сопоставимой с диапазоном перестройки по углу  $\Delta\theta$ , что обычно свойственно лабораторным источникам. Для случая синхротронного источника, то есть сильно коллимированного полихроматического излучения, продольные колебания приводят к изменению длины волны при фиксированном угле дифракции  $\theta$ :  $\delta\lambda = 2\delta d \sin \theta$ .

Следовательно, направляя рентгеновский пучок на исследуемый объект и регистрируя зависимость интенсивности РИ от фазы продольных колебаний кристалла  $I(\Phi)$ , можно на основе полученного «фазового» сканирования угла падения  $\theta(\Phi)$  или длины волны  $\lambda(\Phi)$  изучать рассеяние рентгеновского пучка в окрестности дифракционного пика (т.е. в условиях максимальной чувствительности рентгеновской схемы к малым изменениям кристаллической решетки) [27]. Такие измерения являются одной из традиционных и важнейших операций по исследованию твердых тел методами рентгеновской дифрактометрии и спектроскопии. В результате открывается возможность, например, для регистрации кривой дифракционного отражения (КДО) при помощи рентгеноакустического резонатора продольных колебаний. Данный способ записи КДО потенциально гораздо быстрее, чем при использовании классического подхода на основе

гониометра, и при этом не требует использования механических устройств в процессе эксперимента.

На основе резонаторов продольных колебаний был разработан класс рентгенооптических элементов – продольные АЭРО [2, 28]. Данные элементы делятся на составные и монокристалльные (рис. 1.4). Составные представляют собой два склеенных торцевыми гранями кристалла: кристалл-пьезоэлектрик и рентгенооптический кристалл. В качестве первого обычно используется кварц ( $\text{SiO}_2$ ), в качестве второго – кремний (Si). Деформации, возникающие в первом кристалле, упругим способом передаются на второй, от которого происходит дифракция РИ. Для эффективной работы составного резонатора требуется достаточно строгое равенство высот двух кристаллов и хорошая фиксация их торцевых граней. Данное обстоятельство накладывает трудности на изготовление таких элементов. Поэтому в настоящее время преимущественно используются монокристалльные продольные резонаторы, роль пьезоактуатора и рентгенодифракционного элемента в нем играет один кристалл-пьезоэлектрик. Расчет и изготовление монокристалльных элементов значительно проще, а за счет отсутствия склеивающего слоя их эффективность выше.

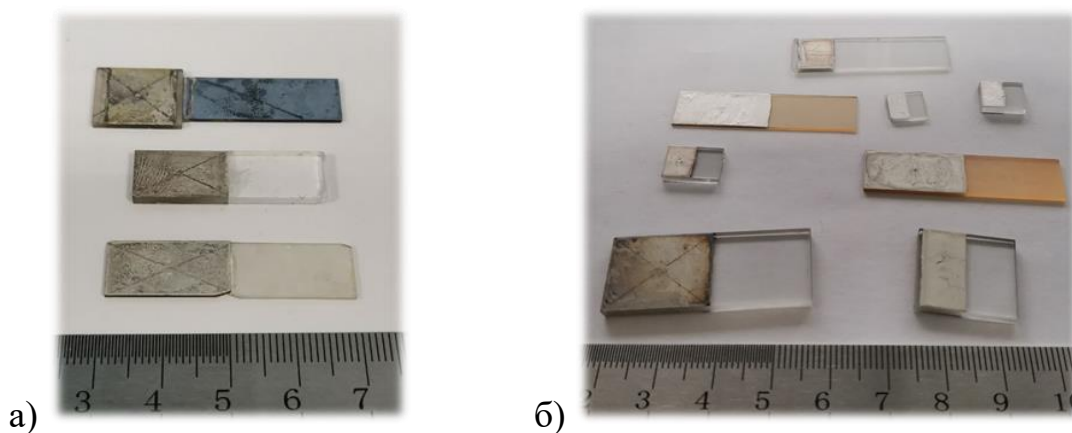


Рисунок 1.4. Фотография составных (а) и монокристалльных (б) продольных АЭРО.

Монолитные продольные АЭРО обычно изготавливаются из кристалла  $\alpha$ -кварца, класс симметрии 32. Ниже приведены тензоры пьезоэлектрических коэффициентов и упругой податливости для данного класса симметрии.

$$\begin{pmatrix} d_{11} & d_{12} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & d_{25} & d_{26} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1)$$

$$\begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & 0 & 0 \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} & S_{24} & 0 & 0 \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ S_{41} & S_{42} & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & S_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{65} & S_{66} \end{pmatrix} \quad (2)$$

Кварц является широко используемым в промышленности высокодобротным кристаллическим пьезоэлектриком, также он обладает относительно хорошими рентгенооптическими свойствами. Для продольных АЭРО обычно используются пластины X-среза, у которых длина направлена вдоль механической оси Y, а высота вдоль оптической оси Z. Разность потенциалов  $E_1$  прикладывается по направлению электрической оси X, то есть вдоль полярной оси симметрии 2-го порядка. Исходя из уравнений обратного пьезоэффекта и свойств упругости, при создании поля  $E_1$  в кристалле кварца X-среза возникают 4 вида деформаций: сжатие-растяжение вдоль толщины  $\varepsilon_1$ , длины  $\varepsilon_2$  и высоты  $\varepsilon_3$  пластинки, а также сдвиговая деформация  $\varepsilon_4$  вдоль грани YZ. Для управления параметрами РИ полезной компонентой являются деформации  $\varepsilon_2$ . Так как они направлены вдоль длины кристалла, наибольшее рентгеноакустическое взаимодействие можно достичь при дифракции от плоскостей, перпендикулярных лицевой поверхности, т.е. в геометрии на прохождение. В таком случае вектор дифракции  $h$  направлен вдоль деформаций  $\varepsilon_2$  (рис. 1.5).

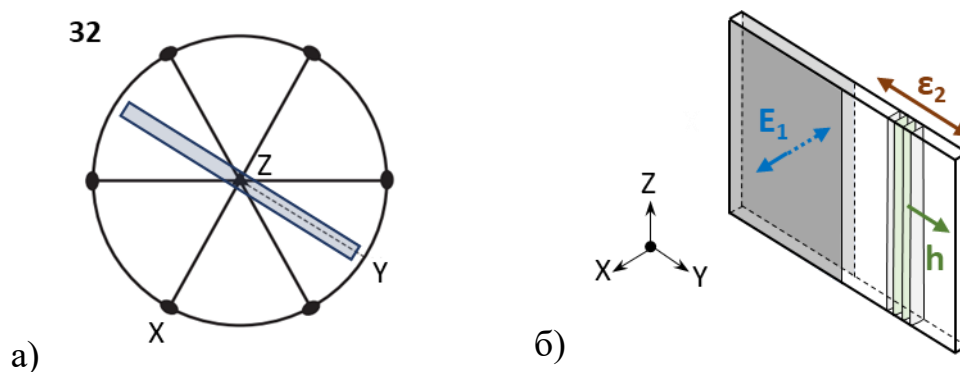


Рисунок 1.5. Кристаллографические направления в кристалле кварца и ориентация X-среза (а); схема продольного АЭРО и направление прикладываемого переменного электрического поля, полезной компоненты возникающих деформаций, вектора дифракции для случая геометрии на прохождение (б).

Для выделения чистой продольной моды необходимо подавить нежелательные компоненты. Деформации  $\varepsilon_1$  имеют небольшое значение ввиду малой толщины пластинки. Поворот среза пластинки вокруг оси X может ослабить влияние связанных деформаций  $\varepsilon_3$  и  $\varepsilon_4$  посредством уменьшения соответствующих компонент упругой податливости  $S_{23}$  и  $S_{24}$ . Распределение этих компонент от угла поворота среза  $\theta$  [29] показывает, что при  $\theta = -18.5^\circ$  или  $\theta = 41.5^\circ$  коэффициент  $S_{24}$  обращается в ноль, при  $\theta = 18.5^\circ$  коэффициент  $S_{23}$  обращается в ноль (рис. 1.6). Обычно для продольных АЭРО из кварца X-среза выбирается один из указанных углов поворота.

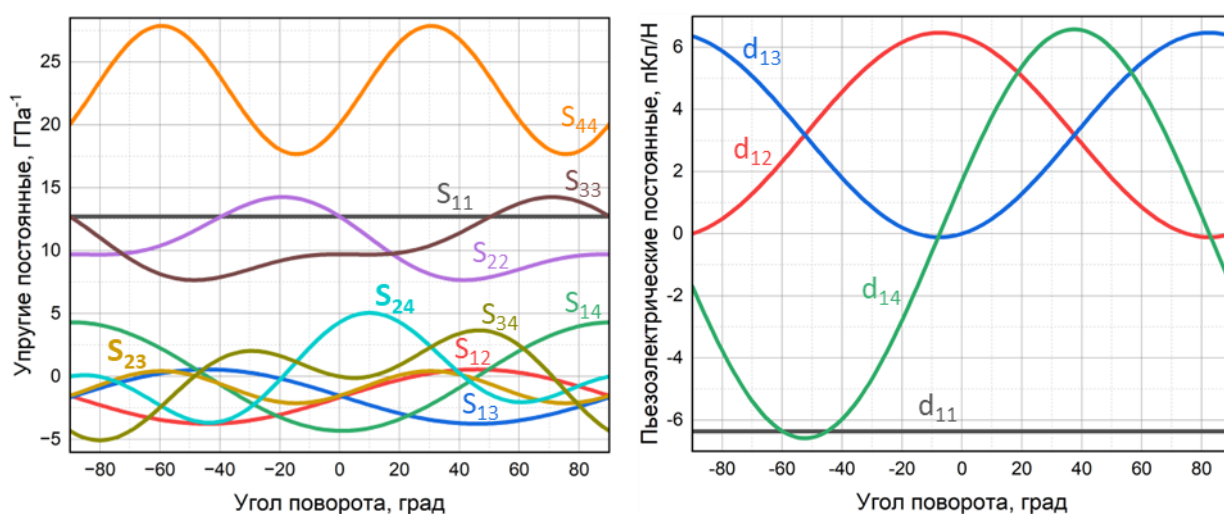
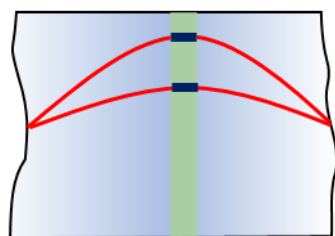


Рисунок 1.6. Зависимость упругих (слева) и пьезоэлектрических (справа) постоянных кристалла кварца X-среза от угла поворота среза в плоскости YZ.

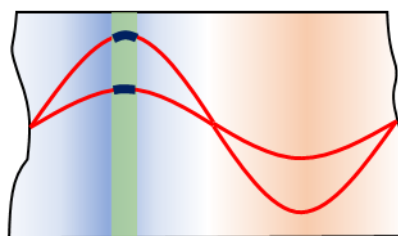
Обычно для управления параметрами РИ используется область кристалла, соответствующая пучности стоячей волны. В ней достигается наибольшее значение деформаций, а значит, и диапазон перестройки параметров РИ. Чтобы избежать искажения дифрагируемого пучка, желательно, чтобы деформации в засвечиваемой РИ области были однородными (рис. 1.7). В противном случае может происходить угловая разориентация дифрагируемого РИ из-за того, что, например, часть пучка отражается от области с одним значением деформации, а часть – от области с другим (рис. 1.7 справа). Данное требование накладывает условие на размеры рентгеноакустических резонаторов продольных колебаний. При проведении исследований на лабораторных дифрактометрах среднее значение ширины проекции пучка на образце в случае геометрии на отражение составляет, как правило, порядка миллиметра. Соответственно, размер области с однородной деформацией в окрестности пучности стоячей волны должен быть не меньше данного значения. Учитывая скорость распространения ультразвука в кристаллических материалах, можно определить характерный размер продольных монокристаллических АЭРО в виде тонких пластинок, он составляет порядка 30-40 мм в длину. Такой размер продольного АЭРО позволяет получить стоячую волну, продольный размер пучности которой сопоставим с шириной рентгеновского пучка (рис. 1.7 слева).

#### однородная деформация

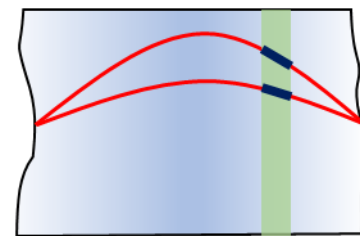


в пучности

#### градиентная деформация



в пучности



не в пучности

Рисунок 1.7. Деформации при продольном УЗ воздействии по отношению к размеру пучка рентгеновского излучения на образце (зеленая полоса).

В монолитных продольных АЭРО электроды для подвода управляющего переменного электрического сигнала располагаются на половине лицевых поверхностей кристалла (рис. 1.4б). Другая половина предназначена для управления рентгеновским пучком. Параметры продольных АЭРО подбираются таким образом, чтобы в ней образовывалась одна стоячая волна. Распределение деформаций для такого случая схематично представлено на рис. 1.8.

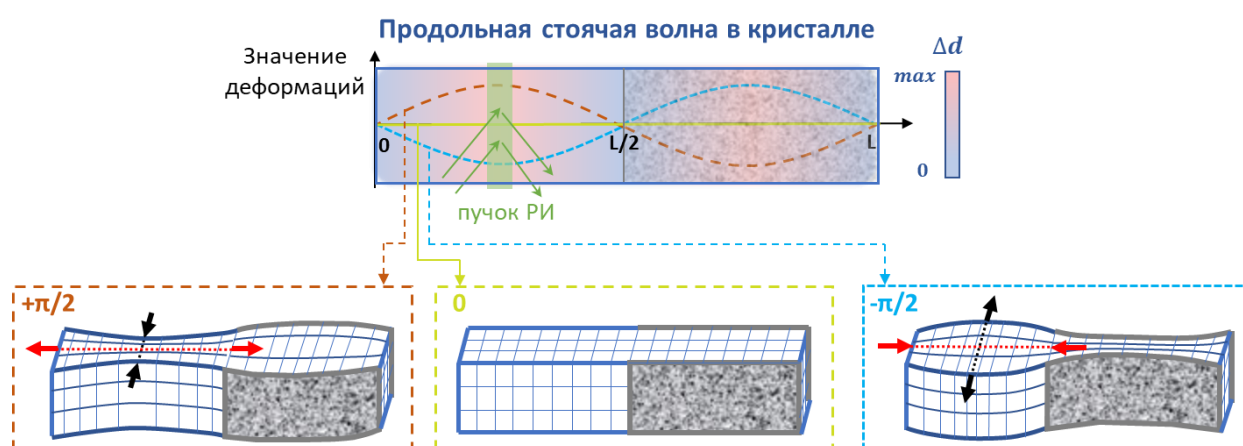
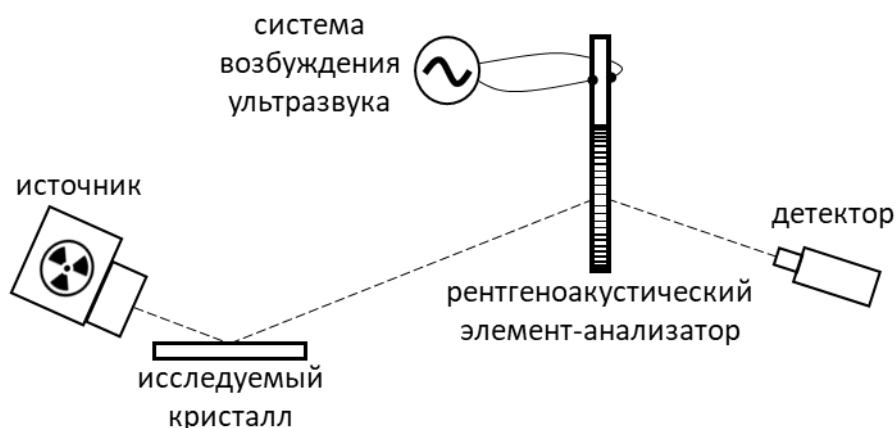


Рисунок 1.8. Схематичное распределение ультразвуковых деформаций в монолитных продольных АЭРО и характерное расположение пучка РИ на кристалле (сверху) и вид деформаций сжатия-растяжения при разных фазах колебаний (снизу).

На практике обнаруженные эффекты рентгеноакустического взаимодействия при продольных колебаниях были впервые применены [1] для быстрого изменения углового положения коллимированного рентгеновского пучка, на основе чего был разработан метод измерения кривых дифракционного отражения с помощью перестраиваемого ультразвукового анализатора (рис. 1.9). В работе [30] реализована методика записи КДО с помощью продольного рентгеноакустического резонатора, выступающего в качестве перестраиваемого монохроматора. Использование продольных резонаторов для управления спектром излучения было продемонстрировано в работах [3, 31], где с помощью рентгеноакустической модуляции был записан спектр рентгеновского пучка лабораторного источника. В указанных методиках кристаллы «механически» неподвижны в период всего

эксперимента, соответственно, регистрация данных с использованием продольных АЭРО происходит на базе возможностей регистрирующей аппаратуры, синхронизированной с УЗ воздействием.



*Рисунок 1.9. Двухкристальная схема для измерения КДО с помощью рентгеноакустического анализатора.*

Таким образом, использование продольных резонаторов позволяет быстро (с частотой более 100 кГц) сканировать угловой диапазон до нескольких десятков угловых секунд. Однако этого может быть недостаточно, например, для исследования динамики сильно дефектных кристаллов. Увеличение диапазона сканирования можно достичь за счет увеличения подаваемого напряжения, что, в свою очередь, может привести к разрушению кристалла. Эта проблема была частично решена благодаря применению адаптивных элементов рентгеновской оптики другого вида, реализованных на основе колебаний изгиба. Помимо этого, задача расширения диапазона может быть решена выбором более «сильных» кристаллов-пьезоэлектриков для изготовления продольных АЭРО, например, кристаллов лангасита.

### **1.5.2 Элементы на основе изгибных колебаний**

Увеличение диапазона перестройки параметров пучка можно достичь за счет более эффективного использования деформаций, вызванных пьезоэффектом. Одним из способов «усиления пьезоэлектрической деформации» является применение специальных доменных элементов, так

называемых «морфов» [32], в которых возбуждаются колебания изгиба по толщине.

Простейший случай, униморф, представляет собой композит из двух тонких пластин. Одна выполнена из пьезоэлектрического материала, к ней подведены электроды. Другая выполнена из пьезоэлектрически пассивного материала и выступает в роли пружины. Когда напряжение подается на пьезоэлектрическую пластину, она сжимается или расширяется вдоль длины униморфа, в то время как пассивная пластина предотвращает эту деформацию, что приводит к изгибу композита. Важно отметить, что смещения в направлении, перпендикулярном пластинам, на порядки выше значений деформаций, вызванных только пьезоэлектрическим эффектом.

Еще больших смещений можно достичь за счет использования биморфа – элемента, состоящего из двух пьезоэлектрических пластин, которые соединены таким образом, что полярные оси имеют направление навстречу друг другу (рис. 1.10). Следствием приложения электрического поля является растяжение одной пластины и сжатие другой, что вызывает изгибную деформацию. При помощи данных элементов можно получить очень низкие частоты вплоть до 900 Гц.

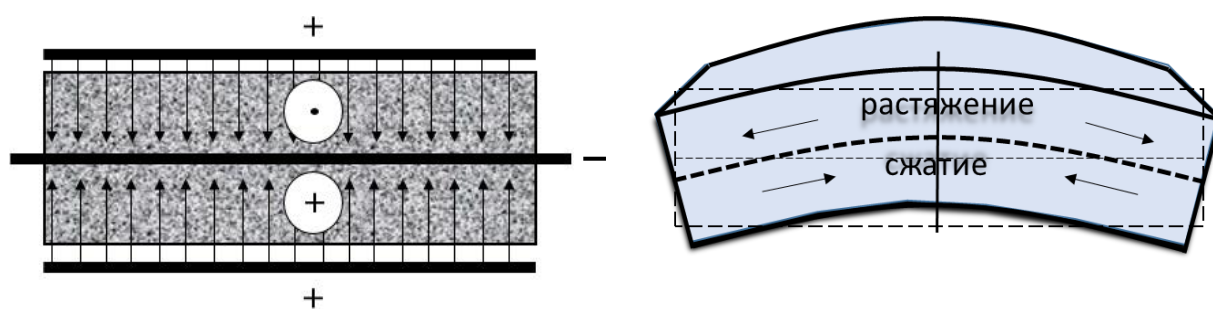


Рисунок 1.10. Конфигурация доменов в бидоменном кристалле (слева), схематичное представление биморфа при изгибе (справа).

Возможная разница в материале и, соответственно, в полярности двух составных частей, а также наличие границы скрепления между ними неизбежно приводит к возникновению гистерезиса – задержки отклика на внешнее управляющее воздействие. Трудности с определением

мгновенной фазы колебания таких элементов в зависимости от фазы управляющего сигнала сильно ограничивает область их применения.

Однако относительно недавно был получен новый метод синтеза монокристаллов биморфных элементов, который позволяет создавать внутри одного кристалла два домена [33]. Данный метод позволяет получать монокристалл ниобата лития ( $\text{LiNbO}_3$ ) с бидоменной структурой: одна половина объема кристалла имеет положительную поляризацию, а другая половина – отрицательную. Такой монокристалльный элемент не имеет недостатков, которые вызваны необходимостью соединять кристаллические пластины посредством склеивания между собой. Следовательно, монокристалльные биморфные элементы лишены гистерезиса. К тому же траектория их колебаний весьма точно описывается известными уравнениями динамики биморфа, закрепленного «кантилеверным образом» [34], что повышает перспективы использования таких элементов в сферах, где требуется высокая пространственная точность, например, в рентгеновской оптике.

На данном принципе был разработан отдельный класс АЭРО – изгибный актуатор на основе бидоменного монокристалла ниобата лития с закрепленным дифракционным элементом, кристаллом кремния [4]. Такой АЭРО состоит из двух скрепленных между собой основных частей: пьезоактуатора и рентгеновского дифракционного элемента. Пьезоактуатор представляет собой бидоменный монокристалльный пьезоэлектрический монокристалл ниобата лития  $Y+129^\circ$  среза с искусственно созданной по особой технологии доменной структурой. Данная технология, разработанная коллегами из НИТУ МИСИС, характеризуется высокой добротностью колебаний и отсутствием гистерезиса [35]. При создании разности потенциалов за счет обратного пьезоэлектрического эффекта одна доменная часть сжимается, а другая расширяется. Это приводит к изгибу всего пьезоактуатора, а при консольном закреплении вызывает отклонение свободного края, к которому крепится совершенный кристалл кремния,

выполняющий роль дифракционного элемента. Внешний вид и принцип действия изгибного адаптивного элемента рентгеновской оптики на основе  $\text{LiNbO}_3$  представлен на рисунке 1.11.



Рисунок 1.11. Изгибный АЭРО на основе монокристалла  $\text{LiNbO}_3$ : фотография элемента (слева), принцип работы колеблющегося элемента (справа).

В работе [36] впервые продемонстрировано использование монокристаллического изгибного биморфного элемента в целях контролируемого изменения параметров рентгеновских лучей. В дальнейших исследованиях были рассмотрены возможности применения такого элемента при разных режимах управляющего сигнала [37, 38]. В работе [5] реализована методика записи карт обратного пространства с помощью изгибных АЭРО, работающих полностью в резонансном режиме. Данный режим функционирования позволяет достичь наибольшего диапазона сканирования. На основе изгибных элементов были разработаны методики для проведения измерений методом спектроскопии поглощения, в том числе с временным разрешением (qEXAFS) [39, 40], и методом одномерной энергодисперсионной спектроскопии (1D EDXAFS) [41]. Также на основе изгибных элементов был создан прототип двухкристального монохроматора [42], в работе [43] была показана возможность его использования в качестве быстрого управляемого рентгеновского затвора. Однако быстродействие изгибных АЭРО не предельно для методик, в которых они используются. По сравнению с рентгеноакустическим резонатором продольных колебаний, изгибные элементы обладают меньшей скоростью изменения параметров пучка.

### 1.5.3 Резонаторы поперечных колебаний

Другой тип колебаний, который применяется в ультразвуковом диапазоне, – это поперечные колебания вдоль толщины, также называемые «толщинными» колебаниями. Поперечная мода является более высокочастотной по сравнению с продольной. Частота собственных колебаний линейно зависит от толщины пьезоэлектрической пластинки. Уменьшая толщину, можно добиться весьма высоких частот. Такая зависимость параметров хорошо подходит для целей микроэлектроники, где одним из основных параметров является компактность устройств.

Обычно для эффективного возбуждения поперечной моды используются кварцевые резонаторы АТ-среза в виде тонкой пластинки круглой формы [44-46]. Данный срез является наиболее широко распространенным в технике ввиду высокой температурной стабильности. Он представляется собой Y-срез, повернутый вокруг оси X на  $35^{\circ}15'$ . Основным компонентом деформации, отвечающим за высокочастотные колебания, является сдвиговая деформация по толщине  $\varepsilon_6$ .

Поперечная мода также может быть получена в кварцевой пластинке X-среза. В данном случае основным компонентом деформации является  $\varepsilon_1$  – растяжение-сжатие вдоль толщины.

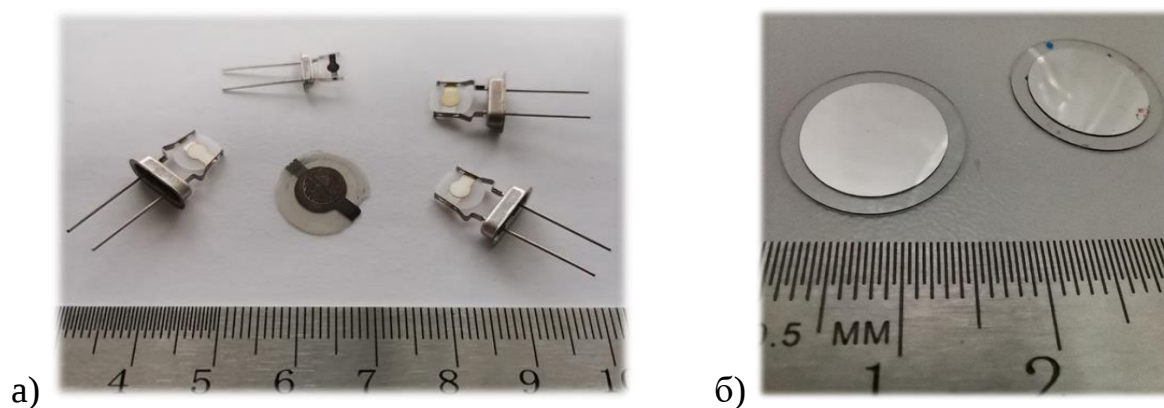


Рисунок 1.12. Фотография промышленных резонаторов АТ-среза (а) и резонаторов X-среза (б).

При возбуждении «толщинных» колебаний в резонаторе может образовываться достаточно сложная картина распределения деформаций. В работе [6] с помощью рентгеновской топографии и численного моделирования было получено распределение напряжений кристаллической решетки колеблющегося резонатора на основе кристалла кварца X-среза. Продемонстрировано возникновение локальных максимумов и минимумов интенсивности при УЗ поперечной моды (рис. 1.13), их распределение свидетельствует о наличии в исследуемом резонаторе разных акустических мод.

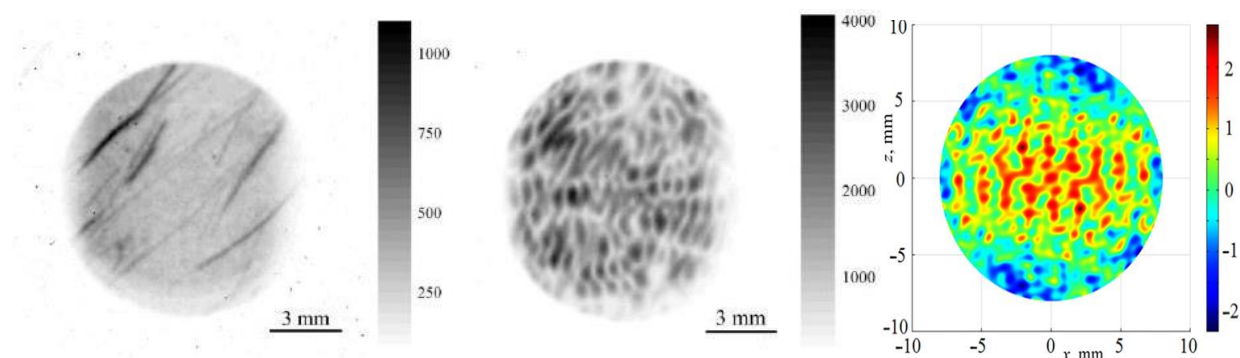


Рисунок 1.13. Рентгеновские топограммы кристалла кварца X-среза без нагрузки (слева) и при поперечных колебаниях (по центру); результат моделирования смещений по оси X на поверхности кристалла при поперечных колебаниях (справа).

Поперечные колебания могут приводить к значительному увеличению отражающей способности кристалла. Данное явление представляет достаточно большой интерес, в первую очередь с точки зрения практического применения в рентгеновской оптике, и основывается на взаимодействии рентгеновского излучения с деформированным кристаллом [47]. Одним из объяснений увеличения дифрагированной интенсивности колеблющимся кристаллом является кривизна отражающей поверхности или увеличение кривизны траектории рентгеновских лучей [48, 49]. В работе [50] были подтверждены некоторые положения динамической теории дифракции для деформированного кристалла: 1) для изменения интенсивности РИ деформации в отражающей плоскости должны иметь компоненту вдоль

вектора дифракции и ненулевую вторую производную в плоскости дифракции, 2) изменение интегральной интенсивности возрастающе монотонно зависит от степени искажения решетки, 3) увеличение дифрагированной интенсивности не зависит от знака второй производной смещения. В работе [51] приведены теоретические расчеты распространения волнового поля в кристалле, подвергнутом периодической деформации, на основе решения уравнения Такаги [52, 53].

Исследованию рентгеноакустического взаимодействия при поперечных колебаниях посвящены многие работы коллег из ИППФ, Армении. Так, было показано, что с помощью «толщинных» колебаний в кварцевом резонаторе возможна модуляция интенсивности дифрагированного рентгеновского пучка [54, 55]. При поперечных колебаниях в кристалле наблюдался эффект рентгеноакустического перераспределения: существенное усиление дифрагированного пучка с одновременным ослаблением проходящего пучка. Характерное время установления эффекта составляет примерно 0.7 мс [56]. В работе [54] было показано, что при увеличении амплитуды управляющего сигнала, возбуждающего поперечные колебания, в кристалле кварца сначала происходит рост интенсивности дифрагированного пучка вплоть до насыщения, а затем наблюдается ее постепенное снижение. В работах [57, 58] было установлено, что с помощью акустических полей и температурных градиентов можно управлять точкой фокусировки дифрагированного пучка.

#### **1.5.4 Основные функциональные параметры адаптивных элементов рентгеновской оптики**

Использование АЭРО предоставляет достаточно широкие возможности для in-situ управления параметрами рентгеновского излучения. Каждый из вышеупомянутых типов элементов имеет характерные функциональные особенности.

В настоящее время до практического применения доведены изгибные элементы [5, 36-39], они позволяют эффективно управлять угловым

положением или спектром рентгеновского пучка на лабораторных и синхротронных источниках. Изгибные АЭРО имеют достаточно большой диапазон перестройки и перестраиваемую частоту колебаний. При ряде несомненных достоинств такие элементы несколько ограничены в быстродействии – они работают при относительно низких частотах (до 10 кГц). Также изгибные АЭРО имеют составную структуру, что в некоторых случаях ограничивает возможности их применения.

Ранее были предложены адаптивные элементы на основе продольных ультразвуковых волн [1, 3, 30, 31], которые лишены этих недостатков. При ультразвуковом воздействии в таких элементах образуется объемная стоячая акустическая волна, т.е. возникают переменные деформации кристаллической решетки. Данные деформации можно использовать для контролируемого изменения параметров рентгеновского пучка, дифрагированного от адаптивного элемента. По сравнению с изгибными АЭРО, рабочие частоты продольных АЭРО на несколько порядков выше, кроме того, они могут изготавливаться из монолитного кристалла в случае кристаллопьезоэлектриков. Элементы на основе продольных колебаний обеспечивают возможность сканирования и перестройки с частотами порядка сотен килогерц, в результате обеспечивая временное разрешение методик на их основе порядка микросекунд. Такой диапазон временных разрешений может быть реализован на источниках синхротронного излучения. Он позволяет исследовать широкий спектр физических процессов (например, химические реакции катализа, электрохимические процессы в аккумуляторных элементах, диффузия тепла, распространение импульсов деформации, динамика акустических колебаний). Однако продольные АЭРО характеризуются меньшим диапазоном перестройки и в настоящее время еще не нашли широкого практического применения.

Для дальнейшего развития данного направления, помимо прочего, необходима разработка нового подхода к исследованию процесса

рентгеноакустического взаимодействия, который позволил бы комплексно характеризовать кристаллические резонаторы (в том числе при разных условиях функционирования). Также, с целью расширения на качественном уровне возможностей управления параметрами рентгеновского пучка с помощью АЭРО, необходима разработка и создание принципиально новых комбинированных элементов, обладающих достоинствами сразу нескольких АЭРО, что позволит эффективно контролировать уже несколько параметров пучка с помощью одного элемента.

АЭРО, как и любые рентгенооптические элементы, имеют характерную взаимосвязь. Они предназначены для управления параметрами рентгеновского пучка, в то же время определение основных функциональных характеристик самих элементов обычно проводится с помощью исследовательских инструментов, основанных на рентгеновском излучении.

### **1.6 Возможности рентгеновских методов исследования**

Рентгеновское излучение и его дифракция на кристаллической решетке позволяют «увидеть» реальную внутреннюю структуру вещества. Прямое исследование мельчайших частиц, из которых состоит вещество, возможно благодаря соразмерности длины волны рентгеновских фотонов с характерным межатомным расстоянием в конденсированных веществах. Соответственно, кристаллическая структура вещества является естественной трехмерной дифракционной решеткой для рентгеновского излучения.

При рассеянии рентгеновского излучения на электронных оболочках атомов кристаллической структуры может происходить конструктивная интерференция, иными словами, оптический эффект дифракции – пространственное перераспределение интенсивности рассеянного излучения. В результате в отдельных направлениях образуются ярко выраженные пики интенсивности рассеянной волны, так называемые дифракционные рефлексy. Регистрируя данные максимумы (их угловое положение и интенсивность)

можно восстановить атомную структуру исследуемого образца. На явлении дифракции рентгеновского излучения на кристаллической решетке основано множество исследовательских методов. Они позволяют определить параметры элементарной ячейки, пространственную симметрию, наличие и вид дефектов, параметры тепловых колебаний атомов [59, 60].

Также при взаимодействии рентгеновского излучения с веществом происходят процессы его поглощения. Одним из примеров является фотоионизация – «выбивание» электронов атомов. В результате образуется пара фотоэлектрон-вакансия на определенном энергетическом уровне. Сопоставляя интенсивность падающего и прошедшего рентгеновского излучения, можно определить коэффициент поглощения вещества. Зависимость этого коэффициента от энергии падающего рентгеновского излучения позволяет установить химический состав образца, относительную концентрацию отдельных элементов, локальное окружение атомов. Также поглощение рентгеновского излучения может приводить к возникновению вторичных процессов – вторичным электронам, ожэ-электронам, флюоресценции [61]. На основе каждого из перечисленных эффектов разработана соответствующая исследовательская методика.

Таким образом, с помощью рентгеновского излучения можно определить кристаллическую структуру, наличие и вид дефектов, параметры тепловых колебаний атомов, химический состав и относительные концентрации веществ как кристаллических материалов, так и слабо упорядоченных органических систем (белки и пленки). В настоящее время рентгеновские методы анализа являются рутинным инструментом для исследования внутреннего строения материалов.

На основе рентгеновского излучения создано множество исследовательских методик, их число продолжает увеличиваться. Широкое применение данного вида излучения обусловлено его достоинствами. По

сравнению с похожими инструментами, электронами и нейтронами, рентгеновское излучение имеет ряд ключевых преимуществ: неразрушающий характер, простота в использовании, доступность. Высокая чувствительность данного вида излучения к структурным изменениям позволяет исследовать относительно малые изменения кристаллической решетки, например, колебания решетки при акустическом воздействии.

### 1.6.1 Двухкристальная рентгеновская дифрактометрия

Согласно брэгговскому подходу к дифракции, рассеянное на системе параллельных кристаллических плоскостей рентгеновское излучение будет усиливаться только при определенных условиях. Для этого рассеянные от разных плоскостей волны должны быть синфазны, т.е. разность хода между ними должна быть кратна длине волны рентгеновского излучения. Это условие называется законом Вульфа-Брэгга:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

где  $d$  – расстояние между отражающими плоскостями,  $n$  – порядок отражения, равный целому числу,  $\theta$  – угол падения рентгена на исследуемые плоскости.

Взаимосвязь этих параметров определяет условие возникновения дифракционного максимума. Ему соответствуют только определенные углы падения, эти углы называются углами Брэгга. Зависимость интенсивности дифрагированного образцом рентгеновского пучка в окрестностях угла Брэгга называется кривой качания или кривой дифракционного отражения (КДО). КДО представляет собой «паспортную характеристику» вещества [62], однозначно определяющую различные параметры исследуемого объекта.

Для измерения КДО обычно используется двухкристальная рентгеновская дифрактометрия – наиболее распространенный рентгенодифракционный экспериментальный метод. Принципиальная рентгенооптическая схема для проведения экспериментов методом двухкристальной дифрактометрии представлена на рис. 1.14.

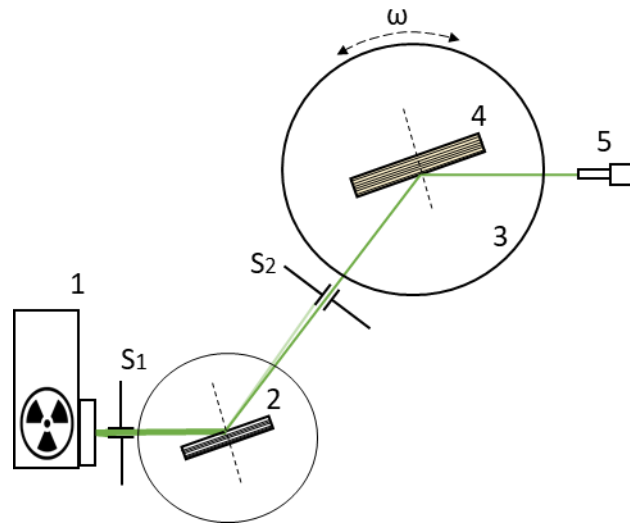
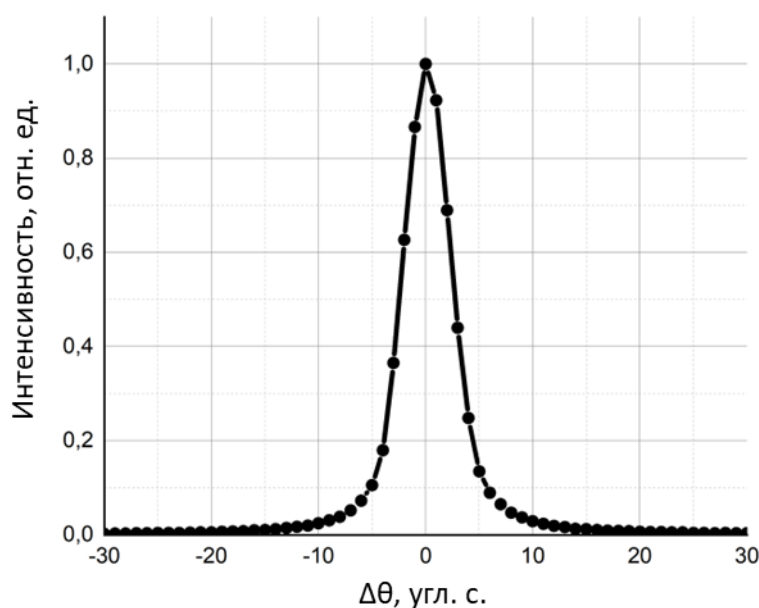


Рисунок 1.14. Принципиальная рентгенооптическая схема двухкристальной дифрактометрии: 1 – источник рентгеновского излучения, 2 – кристалл-монокроматор, 3 – гониометр, 4 – исследуемый образец, 5 – детектор,  $S_1$ ,  $S_2$  – коллимирующие щели.

Исходя из закона Вульфа-Брэгга, регистрацию КДО удобно проводить при фиксированной длине волны (энергии) рентгеновских фотонов. Для монохроматизации излучения используется кристалл-монокроматор и система щелей. В случае лабораторного источника с рентгеновской трубкой монокроматор настраивается на выделение наиболее яркой характеристической составляющей излучения. Рядом с такой составляющей находятся другие менее яркие характеристические линии. Вследствие достаточно большой угловой расходимости излучения рентгеновской трубки, монокроматор пропускает и соседние линии, разделяя при этом их по углу. Отсечь ненужные составляющие позволяет коллимирующая щель, расположенная после монокроматора. После формирования рентгеновского пучка с необходимыми параметрами, как спектральными, так и пространственными, он падает на исследуемый образец, который располагается на гониометре – приборе для углового перемещения с высокой точностью. За образцом располагается детектор для регистрации дифрагированного излучения.

Регистрация кривой качания осуществляется путем пошагового углового поворота образца относительно падающего излучения в

окрестностях угла Брэгга. При каждом шаге (угловом положении образца) регистрируется интенсивность дифрагированного от образца пучка. Измеренная таким образом кривая качания представляет собой свертку собственных кривых отражения образца и монохроматора. Для уменьшения вклада кристалла-монокроматора в итоговую КДО монохроматор подбирают таким образом, чтобы его угол Брэгга был максимально близок к углу Брэгга образца. Этого можно достичь, например, за счет использования монохроматора из того же материала, что и образец. Схема при таком совпадении углов называется бездисперсионной. Пример кривой качания, полученной методом двухкристальной дифрактометрии, представлен на рис. 1.15.



*Рисунок 1.15. Двухкристальная кривая качания, полученная в бездисперсионной схеме с двумя кристаллами кремния, рефлексy (111).*

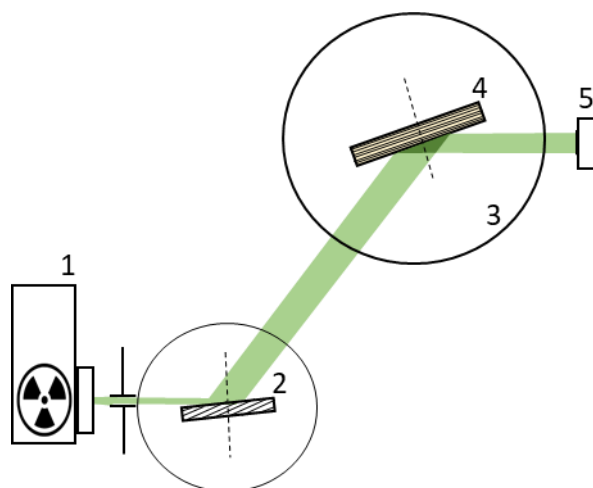
Параметры получившейся итоговой кривой дают возможность определить многие дифракционные характеристики исследуемого образца. Одним из основных параметров КДО является полуширина – ширина кривой на высоте, соответствующей половине максимума (Full Width at Half Maximum, FWHM). Данный параметр и форма КДО позволяют судить о степени совершенства кристаллической структуры. Также измеренная кривая

качания дает возможность определить точный угол Брэгга, исходя из которого с учетом закона Вульфа-Брэгга можно вычислить межплоскостное расстояние  $d$  исследуемого образца.

В ходе измерений методом двухкристальной рентгеновский дифрактометрии ширина падающего на образец пучка ограничивается щелями до размеров порядка  $10^{-1}$  мм. Это обусловлено стремлением повышения точности и локальности измерений, так как увеличение засвечиваемой области образца может приводить к нежелательному уширению кривой качания. Однако при уменьшении размера пучка может возникнуть проблема в виде недостаточности интенсивности падающего излучения. В то же время существуют задачи, где требуется оценка качества кристаллической структуры относительно большей части образца, например, для определения местоположения дефектов. Из-за малого размера пучка оценить совершенство образца в целом довольно затруднительно, в первую очередь, из-за значительных затрат времени на картирование. Для таких задач более применим метод рентгеновской дифракционной топографии.

### **1.6.2 Двухкристальная рентгеновская дифракционная топография**

Еще одним традиционным исследовательским инструментом, основанным на дифракции рентгеновского излучения, является рентгеновская топография. Данный инструмент позволяет визуализировать особенности кристаллической решетки, выраженные в локальном изменении параметра решетки. Среди множества методов, основанных на рентгеновской дифракционной топографии, наиболее распространена двухкристальная рентгеновская топография. Ее принципиальная рентгенооптическая схема представлена на рис. 1.16.



*Рисунок 1.16. Схема двухкристальной топографии: 1 — источник рентгеновского излучения, 2 — асимметрично вырезанный кристалл-монокроматор, 3 — гониометр, 4 — исследуемый образец, 5 — двумерный детектор или фотопластинка.*

Перед попаданием на образец рентгеновский пучок, обычно лентообразный, необходимо монохроматизировать и расширить, для чего используются асимметрично вырезанные монокроматоры. Их дифракционные плоскости находятся под некоторым углом к поверхности, данный угол определяет степень увеличения поперечного размера пучка. Такие монокроматоры способны формировать достаточно широкий пучок с малой угловой расходимостью. После отражения от монокроматора пучок под точным брэгговском углом попадает на образец, расположенный на гониометре. Дифрагированное образцом излучение регистрируется рентгеновской пленкой высокого разрешения или двумерным детектором.

Полученное таким образом двумерное дифракционное изображение является рентгеновской топограммой, отображающей локальное распределение интенсивности дифракции. Нарушение упорядоченности кристаллической решетки из-за дефектов или напряжений приводит к изменению интенсивности в соответствующей области по сравнению с более совершенной частью. Различия в интенсивности формируют контраст, который зависит от специфики локального изменения решетки [63]. По рентгеновским топограммам весьма наглядно можно определять различные

относительно большие неоднородности кристаллической решетки: дислокации, поля напряжений, магнитные домены. Однако ввиду ограниченности разрешающей способности, определение, например, точечных дефектов не представляется возможным.

Метод двухкристальной рентгеновской дифракционной топографии за счет широкого поперечного размера пучка и двумерных регистрирующих устройств позволяет получать информацию о совершенстве кристаллической структуры образца в целом и с высокой степенью локализации. С его помощью можно определить положение дефектов и деформаций кристаллической решетки. В то же время двухкристальная топография имеет относительно невысокую точность и зачастую не позволяет количественно характеризовать степень разупорядочения решетки. Однако существует топографический метод, способный преодолеть данные затруднения.

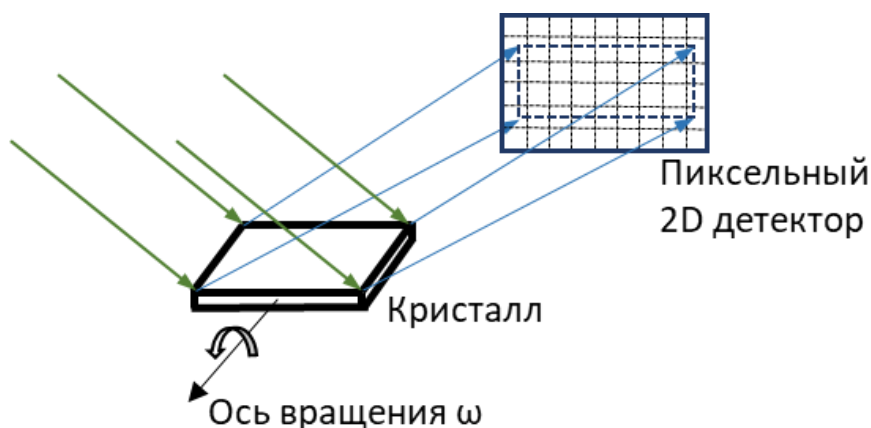
### **1.6.3 Сочетание преимуществ дифрактометрии и топографии**

Рентгеновская дифрактометрия позволяет проводить высокоточные структурные измерения, с помощью которых можно определить реальное кристаллическое строение материалов: группу симметрии, параметры элементарной ячейки, координаты атомов, величину тепловых колебаний. Рентгеновская топография же позволяет локально оценить совершенство структуры.

Относительно недавно появился инструмент, сочетающий в себе преимущества двух вышеупомянутых направлений, – метод визуализации кривой качания (Rocking Curve Imaging, RCI) [7]. Его возникновение во многом связано с развитием двумерных детекторов рентгеновского излучения. Это один из наиболее современных и совершенных методов исследования упорядоченных объектов с помощью рентгеновского излучения, который обладает уникальными возможностями по прецизионному определению

локальных особенностей кристаллической решетки и высоким пространственным разрешением [64].

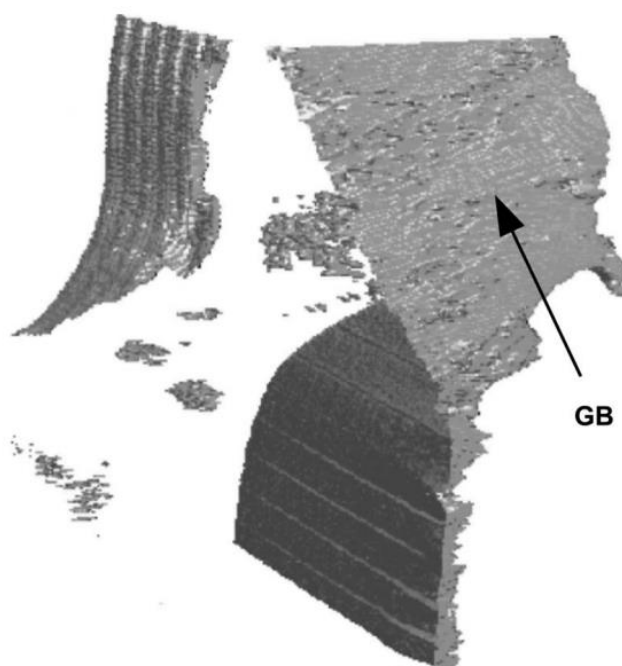
Метод RCI является полностью количественным аналогом дифракционной двухкристальной рентгеновской топографии [65], в которой рентгеновское излучение регистрируется пиксельным двумерным детектором. При измерениях методом RCI осуществляется угловое сканирование вокруг точного дифракционного положения, в результате которого в каждом пикселе записывается своя собственная «локальная» кривая качания (рис. 1.17). По «локальным» кривым качания строятся карты основных параметров, таких как интегральная интенсивность, угловое положение пика и полуширина кривой качания.



*Рисунок 1.17. Принцип метода визуализации кривой качания: падающее монохроматическое рентгеновское излучение дифрагирует от кристалла, поворот в окрестностях угла Брэгга (угол  $\omega$ ) позволяет зарегистрировать «локальные» кривые качания в каждом пикселе двумерного детектора.*

Данный метод универсален для широкого круга кристаллов и позволяет получать обширную информацию [66-69]. Его применяют для определения дефектов, их распределения и концентрации [70], изгиба кристаллической решетки [71, 72], для визуализации полей напряжения и оценки ориентации плоскостей, для разделения деформаций, обусловленных изменением межплоскостного расстояния и разориентацией решетки [73], для определения величины искажения кристаллической решетки, вызванной механической

полировкой и внедрением примесей [74]. А в совокупности с другими методами [75] визуализация кривой качания позволяет получать трехмерные изображения дефектов (рис. 1.18).



*Рисунок 1.18. Трехмерная реконструкция формирования границы субзерна (GB).*

В работе [76] с помощью метода RCI оценивалось качество выращенного монокристалла сапфира, использовалась геометрия обратного отражения, которая позволила увеличить разрешающую способность  $\Delta d/d_0$  с  $10^{-4}$  до  $10^{-8}$ . В работе [77] проводилась оценка совершенства кристаллической структуры высококачественного алмаза. Было важно исследовать образец целиком, так как алмаз предназначался для использования в качестве излучателя для генерации сильно поляризованных фотонных пучков с помощью когерентного тормозного излучения. С помощью метода RCI был зарегистрирован крупномасштабный изгиб всего кристалла и показано, что одним из основных дефектов являются дислокации. В работе [78] проводилось исследование локального наклона решетки двух образцов GaN, выращенных на разных подложках методом эпитаксиального латерального наращивания. Было показано, что локальные флуктуации наклона отличаются от изменений в макроскопическом масштабе (кривизны). По картам полуширины была проведена количественная оценка локального совершенства кристаллической

структуры, и было обнаружено, что оно значительно лучше, чем предполагалось исходя из кривых качания, полученных методом дифрактометрии.

Метод визуализации кривой качания, также называемый рентгеновской топографией с использованием углового сканирования, применялся коллегами из НИЦ «Курчатовский институт». В работе [79] в совокупности с другими топографическими методами было изучено макроскопическое распределение дефектов и дезориентаций в нелинейных оптических кристаллах  $\text{ZnGeP}_2$ , выращенных методом Бриджмена. Было выявлено образование протяженных малоугловых границ, распространяющихся вдоль оси роста и разделяющих кристаллы на области, дезориентированные углами до одной угловой минуты. Также было установлено отсутствие строгой периодичности полос роста в кристаллах, выращенных по методу Бриджмена, вследствие изменения структуры конвективных потоков в расплаве во время кристаллизации. В работе [80] метод RCI впервые был применен для определения пространственной концентрации избыточных атомов мышьяка в слое LT-GaAs. Концентрация избыточного мышьяка определялась путем анализа разницы угловых положений дифракционных пиков от подложки GaAs и слоя LT-GaAs, которая обусловлена увеличением параметра элементарной ячейки, вызванным внедрением атомов мышьяка в позиции галлия (AsGa). В работе [81] с помощью метода RCI были обнаружены искажения кристаллической решетки многополосного дефлектора – устройства для многократного отклонения протонного пучка, состоящего из нескольких изогнутых полосок кремния (рис. 1.19). Данные искажения вызывали микроскопические напряжения, которые приводили к изгибу каждой полоски и кристалла в целом.

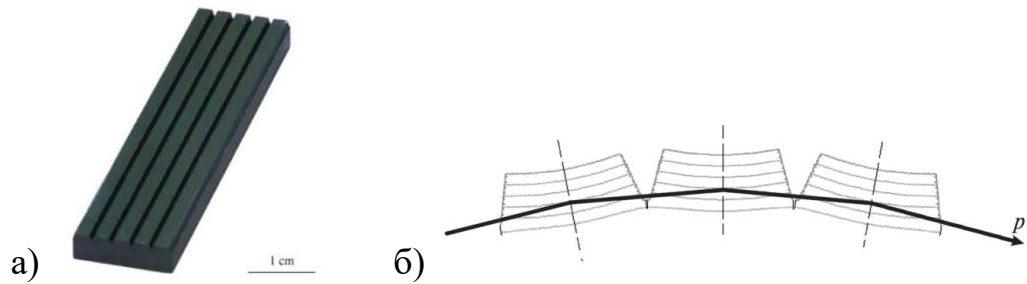


Рисунок 1.19. Кремниевая пластина с канавками (а) и схема оптимального поворота протонного пучка (б).

До сих пор метод RCI применялся для исследования объектов, находящихся в статическом положении. Однако имеется большая область интереса, связанная с объектами в динамике. Возможности данного метода могут быть расширены на кристаллические материалы, находящиеся в условиях внешних воздействий, например, ультразвука. Такие исследования, помимо прочего, позволяют проводить прецизионный локальный анализ рентгеноакустического взаимодействия в АЭРО.

#### **1.6.4 Подходы для исследования объектов в условиях внешних воздействий: накачка-зондирование, стробоскопия, интегральные измерения**

Методы на основе рентгеновского излучения могут использоваться для определения структурных изменений, обусловленных влиянием внешних воздействий. Как правило для таких исследований требуется определенное временное разрешение, которое может быть достигнуто различными способами. В общем случае эволюцию структуры можно регистрировать «покадрово», для чего нужно достаточное быстродействие и синхронизация, либо в интегральном по времени режиме. Также критерием выбора наиболее подходящего подхода служит характерное время исследуемого процесса [82].

##### *Режим накачка-зондирование*

В настоящее время процессы с характерным временем нс и менее исследуются преимущественно с помощью подхода накачки-зондирования (pump-probe), в котором первый импульс накачки выступает внешним

воздействием и приводит к структурным изменениям, а второй импульс зондирования регистрирует эти изменения [83]. Данный подход широко используется в схеме оптическая накачка – рентгеновское зондирование, где в качестве накачивающего импульса используется лазерное излучение (быстрое и удобное в применении воздействие), а в роли зондирующего импульса выступает синхротронное излучение (СИ) [84-86].

Отклик кристаллического материала на короткий лазерный импульс включает большое количество явлений с временными константами, охватывающими по меньшей мере десять порядков: от нескольких сотен фс до мс [87]. Данный диапазон обусловлен различными физическими явлениями, действующими до полной релаксации: возбуждение электронов, термализация электронов, электрон-фононные взаимодействия, распространение оптических и акустических мод, распространение импульсов деформации, диффузия тепла.

Зондирующие импульсы формируются за счет собственной импульсной структуры СИ (используется режим неполного заполнения орбиты накопителя) и системы специальных прерывателей пучка – чопперов [88, 89]. Задачей последней является сокращение частоты зондирующих импульсов до необходимого значения. Импульсы зондирования должны быть строго синхронизированы с импульсами накачки. Это необходимо для того, чтобы короткие РИ импульсы взаимодействовали именно с измененной вследствие внешнего воздействия структурой, а неизменная (исходная или отрелаксированная) не давала вклад в измерение [90]. Варьируя время задержки между первым и вторым импульсом, регистрируется полная картина динамики исследуемого образца при внешнем воздействии. Для повышения соотношения сигнал/шум цикл  $\text{pump}$  и  $\text{probe}$  проводят многократно, при этом регистрация обычно происходит при одной выдержке детектора [91]. Соответственно, режим накачка-зондирование применим для анализа обратимых процессов или абсолютно идентичных образцов.

С помощью подхода pump-probe исследовались деформации решетки при фазовом переходе [92, 93], регистрировалась динамика переключения сегнетоэлектрических доменов [94], наблюдались оптически индуцированные волны деформаций [95], исследовались локализованные оптические фононные колебания [96]. На основе pump-probe была разработана методика для проведения экспериментов по определению усталостной нагрузки металлов [97], где в качестве внешнего воздействия использовалось переменное механическое воздействие ультразвуковой частоты. В работе [98] был изучен спектр акустических фононов, генерируемых лазером в антимониде индия, покрытом тонкой никелевой пленкой (Ni–InSb). С помощью такого оптоакустического преобразователя можно контролировать генерируемые фононные спектры и наблюдать конструктивную и деструктивную интерференцию РИ, что может быть использовано для создания рентгеновского быстрого затвора.

Также подход pump-probe реализован на отечественном синхротроне КИСИ «Курчатов» [99, 100]. В работе [101] исследовалась динамика дифракционных пиков кристалла  $\text{LiNbO}_3\text{:Fe}$  в условиях лазерного воздействия при различных углах вектора поляризации лазерного излучения. Был зарегистрирован фотоиндуцированный процесс длительностью порядка десяти наносекунд, сопровождающийся падением интенсивности КДО. Обнаружено, что зависимость данного эффекта от направления поляризации лазерного излучения находится в хорошем соответствии с опубликованными сведениями о фотовольтаическом эффекте.

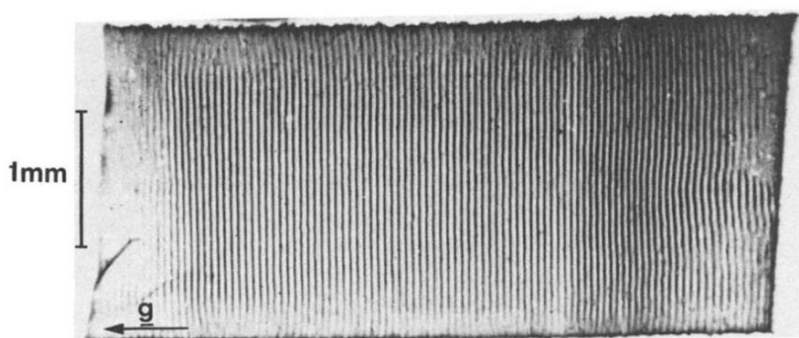
### *Стробоскопический подход*

Процессы с характерным временем мкс и более можно исследовать за счет быстрого действия детектирующей аппаратуры или специальных прерывателей пучка [102]. Такой подход является стробоскопическим, он применяется в основном для анализа повторяющихся процессов. При

синхронизации внешнего воздействия и устройства, отвечающего за быстроедействие, регистрация РИ происходит только в определенный момент времени относительно действующей на образец внешней силы, например, при конкретной фазе переменного воздействия. Последовательно регистрируя все фазы, можно исследовать отклик на повторяющееся внешнее воздействие целиком.

Впервые стробоскопический подход использовался для анализа движения магнитных доменных стенок при воздействии гармонического и постоянного поля [103]. Использование механического прерывателя пучка позволило достичь временного разрешения порядка миллисекунд. С помощью стробоскопического подхода исследовался отклик ферроэластичных доменных стенок на знакопеременное механическое напряжение при разных температурах [104], проводился анализ деформаций в условиях вибрационного механического воздействия [105] и при ультразвуковой усталостной нагрузке [106], исследовалось рентгеноакустическое взаимодействие при возбуждении длинноволнового ультразвука [27].

Если частота повторяющегося процесса лежит в диапазоне 100 кГц – 500 МГц, то исследования могут быть выполнены за счет собственной импульсной структуры СИ. Для этого используется режим накопителя с неполным заполнением орбиты. Благодаря соответствию характерных частот стробоскопический подход на основе импульсной структуры СИ часто применяется при исследовании акустических волн, как поверхностных [107-113], так и объемных [114-116]. Высокая яркость СИ позволяет визуализировать поля деформаций в условиях переменных воздействий с помощью метода стробоскопической топографии (рис. 1.20).



*Рисунок 1.20. Стробоскопическая рентгеновская топограмма поверхностных акустических волн в телевизионном фильтре промежуточной частоты на основе  $\text{LiNbO}_3$ .*

### *Интегральный режим*

Влияние внешних воздействий на кристаллическую структуру также можно исследовать в интегральном по времени режиме, не требующем быстрогодействия и синхронизации. В таком случае обычно проводят минимум два измерения – до и во время внешнего воздействия. По разнице полученных результатов проводится оценка происходящих в исследуемом образце изменений.

Интегральный режим применяется для определения некоторых физических постоянных кристаллических материалов [117-121]. С его помощью можно исследовать эволюцию дефектной структуры в условиях механических нагрузок [122, 123], в ходе имплантации ионами и отжиге [124-126]; миграцию носителей [127, 128] и образование доменов [129] во внешнем электрическом поле; отслеживать процесс роста кристаллов [130-132]. Также интегральный подход используется для оценки напряжений кристаллической решетки в условиях возбуждения поверхностных [133-135] и объемных [2, 27, 136, 137] акустических волн.

### **Выводы к главе 1**

Проведена историческая линия развития представления о кристаллических веществах, показана важная роль кристаллов в современном

мире. Описаны факторы, определяющие отклик кристаллических материалов на внешние воздействия, представлены сведения о природе пьезоэлектрического эффекта и стоячих акустических волн в кристаллах, приведены примеры использования кристаллов-пьезоэлектриков в различных областях.

Приведен расширенный обзор применения пьезоэлектрических кристаллов в качестве адаптивных элементов рентгеновской оптики на основе упругих колебаний. Такие элементы позволяют непрерывно модулировать параметры рентгеновского пучка за счет контролируемого изменения параметра решетки при ультразвуковом воздействии. Приведена классификация соответствующих рентгенооптических элементов и сравнительный анализ их основных функциональных параметров. Показано, что в элементах на основе продольных колебаний необходимо использовать область кристалла с однородной деформацией с целью минимизации искажения отраженного пучка. Таким образом, 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 рентгеновских методов исследования, описаны основные рентгенодифракционные методы, указаны их возможности и ограничения, описаны времяразрешающие подходы, приведены примеры исследований в условиях внешних воздействий. Отмечено, что базовые методы не всегда позволяют достаточно эффективно характеризовать наблюдаемые в кристалле особенности при эксплуатационных условиях – актуальной задачи современного прикладного материаловедения.

Приведены сведения об относительно новом методе – методе визуализации кривой качания. Он объединяет в себе уникальные возможности двухкристальной дифрактометрии и топографии, что позволяет получать обширную информацию о совершенстве кристаллической структуры образца. В настоящее время этот метод активно развивается и широко применяется как в лабораторных условиях, так и на синхротронных источниках для решения передовых научных задач. Отмечено, что ввиду своих существенных преимуществ, возможности данного метода могут быть расширены на объекты, находящиеся в динамических условиях, например, при воздействии акустических волн. Проведение подобных исследований может использоваться для прецизионного локального анализа рентгеноакустического взаимодействия в элементах адаптивной рентгеновской оптики.

## Глава II. Методика для исследования деформаций кристаллических материалов под воздействием упругих колебаний на основе метода визуализации кривой качания

### 2.1 Метод визуализации кривой качания

Метод визуализации кривой качания (Rocking Curve Imaging, RCI) является количественной версией двухкристальной топографии и сочетает в себе уникальные возможности рентгеновской дифрактометрии и топографии. Данный метод позволяет проводить исследования с высокой степенью локальности и прецизионности. Благодаря высокому пространственному разрешению, большой области засветки и возможности количественной оценки степени дефектности структуры метод визуализации кривой качания позволяет исследовать структуру зачастую всего кристаллического образца, в том числе в процессе его функционирования, что открывает новые возможности для эффективной характеристики образцов. Рентгенооптическая схема для проведения экспериментов методом визуализации кривой качания представлена на рис. 2.1а.

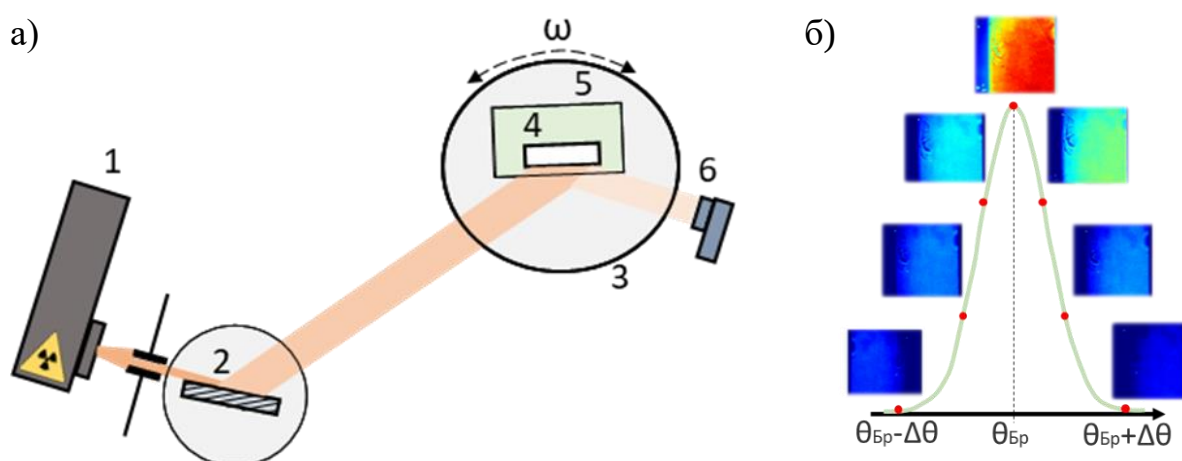


Рисунок 2.1. а) Рентгенооптическая схема метода RCI: 1 – источник РИ, 2 – ассиметрично вырезанный монохроматор, 3 – гониометр, 4 – образец, 5 – окружение образца, 6 – пиксельный двумерный детектор. б) Получаемые методом RCI данные – серия топограмм вблизи угла Брэгга.

Рентгеновский пучок после источника РИ (1) попадает на асимметрично вырезанный кристалл-монокроматор (2), который уширяет его поперечное сечение, после чего широкий пучок под точным брэгговским углом попадает на образец (4). Образец располагается на гониометре (3), с помощью которого можно проводить его юстировку и осуществлять сканирования. Дифрагированное излучение регистрируется пиксельным двумерным детектором (6). Дополнительно схема может содержать устройства для создания внешних воздействий на образец (5).

Характерной чертой метода RCI является использование в качестве регистрирующего устройства пиксельного двумерного детектора. С помощью такого детектора можно не только записывать топограммы классическим методом, но и получать серию топографических изображений при изменении параметров схемы. Например, в процессе  $\omega$ -сканирования при каждой угловой отстройке образца записывается отдельная топограмма (рис. 2.1б), затем полученные топограммы группируются в серию. Далее проводится обработка полученной серии.

В целом, обработка экспериментальных результатов, полученных методом визуализации кривой качания, представляет собой преобразование большого количества данных, для чего создается специальное программное обеспечение [138, 139]. Для удобства данные можно представить в виде четырехмерного массива, содержащего серию рентгеновских топограмм. В следующем параграфе приведен алгоритм обработки такого массива для получения карт распределения основных параметров кривой качания.

## **2.2 Принцип обработки данных, полученных методом визуализации кривой качания**

Результат измерений методом RCI представляет собой серию топограмм вблизи угла Брэгга. Полученная серия разделяется по пикселям. Так, в каждом пикселе серии получается «локальная» собственная кривая качания,

соответствующая Конкретной, как правило небольшой области образца. Размер данной области в основном зависит от размера пикселя детектора. После составления и аппроксимации «локальной» кривой качания происходит определение ее основных параметров, на основании которых можно оценить совершенство кристаллической структуры исследуемого образца в соответствующей области.

Выделение «локальной» кривой качания (одного пикселя серии), ее аппроксимация и вычисление основных параметров происходит последовательно для всех пикселей серии. Затем на основе совокупности вычисленных параметров можно реконструировать карты основных параметров кривой качания, то есть распределение этих параметров по плоскости измеряемого рефлекса. К наиболее важным параметрам относится интегральная интенсивность, угловое положение и полуширина дифракционного пика. По картам интегральной интенсивности можно получить информацию о совершенстве кристалла, карты углового положения пика позволяют оценить разворот кристаллической решетки, а карты полуширины дают представление о мере локального искажения в определенной области образца [63]. Пример выделения «локальной» кривой качания (выделение одного пикселя серии), вычисления ее полуширины и составления карты полуширины представлен на рис. 2.2.

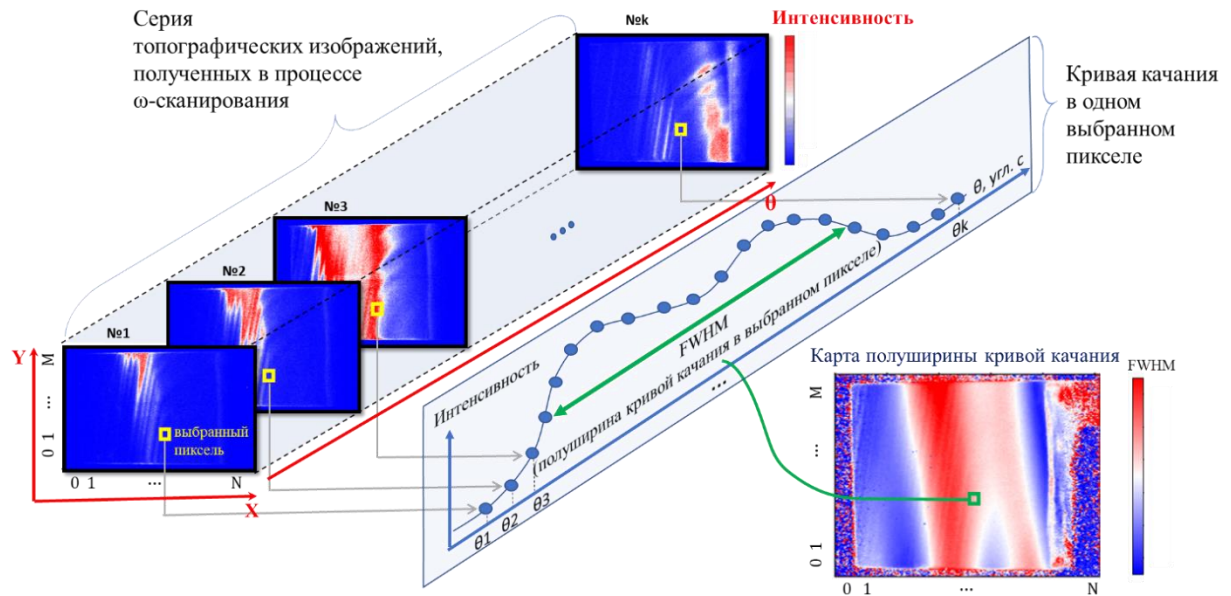


Рисунок 2.2. Пример обработки полученных методом RCI результатов для одного пикселя серии и составления карты полуширины кривой качания.

С математической точки зрения серию топограмм можно представить в виде четырехмерного массива  $I(x, y, \theta)$  зависимости интенсивности от пространственных и угловой координаты, где  $x$  и  $y$  – пространственные координаты в плоскости измеряемого рефлекса, соответствующие номеру пикселя двумерного детектора;  $\theta$  – угловое положение образца;  $I$  – интенсивность дифрагированного излучения. На рис. 2.2 данные измерения выделены красным цветом.

Далее этот массив разбивается на  $N \times M$  двумерных подмассивов  $I_{ab}(\theta)$  зависимости интенсивности от угла в конкретном пикселе ( $a, b$ ), где  $a = 0 \dots N$  – номер пикселя по оси  $X$ ;  $b = 0 \dots M$  – номер пикселя по оси  $Y$ . В случае одинакового количества пикселей по оси  $X$  и  $Y$ , т.е. случай квадратной матрицы двумерного детектора, количество двумерных подмассивов  $I_{ab}(\theta)$  будет равняться  $N^2$ , где  $N$  – количество пикселей по одной из осей.

Затем для каждой зависимости  $I_{ab}(\theta)$  в определенном пикселе серии ( $a, b$ ) производится аппроксимация по углу  $\theta$  с помощью функции Гаусса. После определяется математическое ожидание  $\mu$  и среднеквадратичное отклонение  $\sigma$  получившегося гауссиана  $I'_{ab}(\theta)$ . Исходя из этих двух параметров, в свою

очередь, определяются основные параметры «локальной» кривой качания: интенсивность пика  $I_{пик} = I'_{ab}(\mu)$ , угловое положение пика  $\theta_{пик} = \mu$ , ширина пика на полувысоте  $FWHM = 1/(\sigma\sqrt{2\pi})$ .

И в конце, вычисленные параметры «локальной» кривой качания в конкретном пикселе  $(a, b)$  сохраняются в заранее созданные одноименные 2D массивы под соответствующим индексом  $(a, b)$ . Таким образом, полученные результаты обработки собираются в двумерные карты распределения основных параметров кривой качания.

### 2.2.1 Программная реализация обработки данных

Обработка результатов, полученных методом визуализации кривой качания, выполнялась на языке программирования Python (версия 3.7) с использованием дополнительных библиотек NumPy, SciPy и H5Py. Последовательность действий по обработке данных можно охарактеризовать как ETL-процесс (Extract (извлечение) – Transform (преобразование) – Load (загрузка)). Согласно этому подходу, весь рабочий код разделен на три соответствующие функции (рис. 2.3).



Рисунок 2.3. Схематическое изображение процесса обработки экспериментальных данных.

Изначально производится сбор экспериментальных данных. В случае сканирования можно выделить 2 источника данных – детектор и гониометр.

Детектор регистрирует топограммы, то есть предоставляет данные  $x$ ,  $y$  и  $I$ , а гониометр, в свою очередь, осуществляет поворот образца, то есть предоставляет данные  $\theta$ . Как правило, экспериментальные установки оснащены каким-либо управляющим программным обеспечением, в состав которого введены все устройства, участвующие в эксперименте. Это позволяет, помимо прочего, сохранять считываемые с этих устройств данные в одном месте и формате. Экспериментальные данные зачастую могут быть большого объема, поэтому для удобной работы их обычно сохраняют в h5 формате. Таким образом, задача извлечения исходных данных сводилась к их выгрузке из h5 файла с помощью библиотеки H5Py.

Затем происходит процесс обработки четырехмерного массива  $I(x, y, \theta)$ . Сначала определяются необходимые переменные и функции: диапазон и шаг оси  $\theta$ ; 2D массивы, куда будут сохраняться основные параметры «локальных» кривых качания; функция аппроксимации гауссианом с помощью библиотеки SciPy; обработка исключений (например, в случае невозможности аппроксимации вследствие недостаточного углового диапазона, сильной зашумленности или вовсе отсутствия образца в определенном пикселе серии). Далее запускается вложенный цикл по всем пикселям серии, в ходе которого вычисляются основные параметры «локальных» кривых качания и сохраняются в соответствующие массивы.

На заключительном этапе получившиеся массивы, или, другими словами, карты основных параметров кривой качания сохраняются в h5 файл вместе с исходными данными для удобства дальнейшего анализа результатов.

### **2.3 Комплексный анализ влияния переменных механических нагрузок на кристаллическую решетку**

Возможности метода визуализации кривой качания могут быть расширены для проведения исследований в условиях внешнего воздействия. Так, по разнице карт основных параметров кривой качания, полученных до и

во время воздействия, можно оценить влияние внешней силы на кристаллическую решетку образца. Также имеется возможность оценки остаточных изменений. Для этого необходимо дополнительно провести измерение уже после окончания внешнего воздействия.

На основе метода RCI была разработана методика для характеристики в интегральном по времени режиме деформаций кристаллов под воздействием резонансных ультразвуковых колебаний. Она позволяет с высоким пространственным разрешением локализовать узлы и пучности стоячих акустических волн, а также определять величину возникающих деформаций, в том числе амплитуду колебаний. Амплитуда определяется по относительной деформации в пучности стоячей волны, данная деформация оценивается исходя из углового смещения пика кривой качания. В свою очередь, угловое смещение пика в определенных случаях может быть вычислено по разнице полуширины кривых качания, полученных от резонансно колеблющегося и покоящегося кристалла.

Например, при колебаниях продольной моды в кристалле возникают деформации сжатия-растяжения, что было наглядно показано с помощью метода трехкристальной дифрактометрии с временным разрешением [5]. Значение относительной деформации при данном типе колебаний можно определить исходя из закона Вульфа-Брэгга:

$$\frac{\Delta d}{d_0} = 1 - \frac{\sin \theta_{\text{Бр}_0}}{\sin \theta_{\text{Бр}_1}} \quad (4)$$

где  $d_0$  и  $\theta_{\text{Бр}_0}$  – межплоскостное расстояние и угол Брэгга для случая без внешнего воздействия,  $\Delta d$  – максимальное изменение межплоскостного расстояния при воздействии ультразвука (УЗ),  $\theta_{\text{Бр}_1}$  – угол Брэгга, соответствующий максимальному значению межплоскостного расстояния при воздействии УЗ.  $\theta_{\text{Бр}_1}$  можно определить, как:

$$\theta_{\text{Бр}_1} = \theta_{\text{Бр}_0} + \frac{FWHM_1 - FWHM_0}{2} \quad (5)$$

где  $FWHM_0$  и  $FWHM_1$  – полуширина кривой качания, полученной в интегральном по времени режиме, для случая без внешнего воздействия и при воздействии УЗ. На рис. 2.4 наглядно показана суть формулы (5). Соответственно, деформации при колебаниях продольной моды можно оценить по значению полуширины кривой качания.

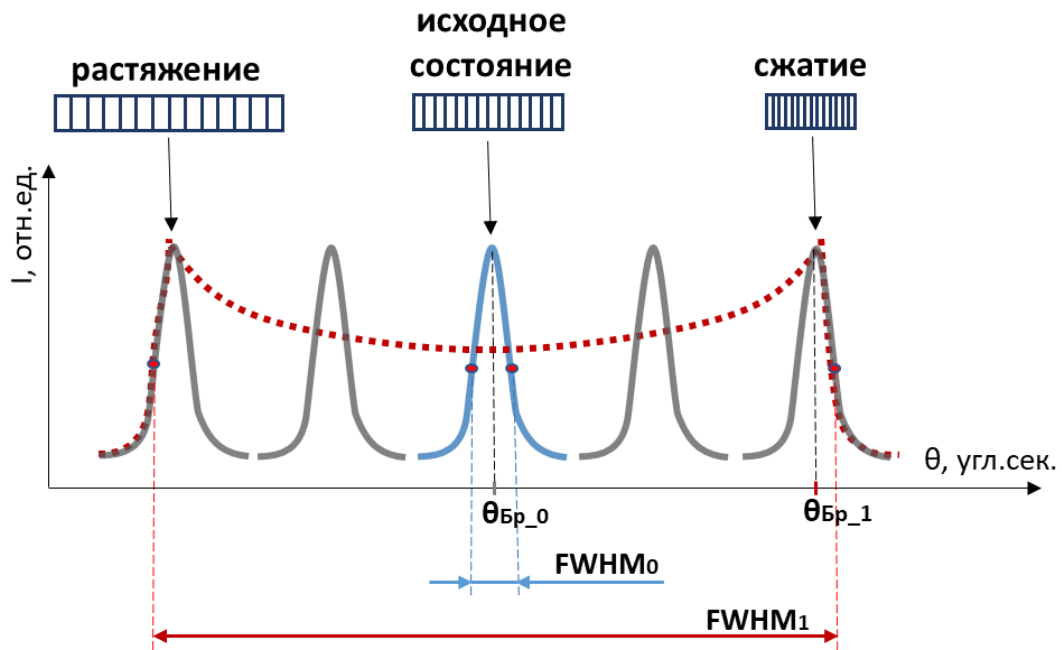


Рисунок 2.4. Исходная кривая качания без внешнего воздействия (голубая кривая), интегральная кривая при возбуждении ультразвуковых колебаний, зарегистрированная посредством поворота кристалла (красная пунктирная кривая) и «мгновенные» стробоскопические кривые для разных фаз периода ультразвука (серые кривые и голубая).

Таким образом, разработанная методика на основе метода RCI может применяться для получения пространственного распределения и величины деформаций в колеблющихся ультразвуковых кристаллических резонаторах. Также с помощью данной методики можно определять различные моды колебаний, исследовать влияние дефектов на эффективность колебаний, оценивать влияние конфигурации электродов на добротность резонатора. Относительно высокое пространственное разрешение методики позволяет рассматривать деформацию в любой точке образца как однородную (а не градиентную) в рамках одного пикселя детектора, что особенно актуально при

исследовании УЗ колебаний, в частности, для определения функциональных характеристик адаптивных рентгенооптических элементов.

#### **2.4 Аппаратно-методическая основа для реализации методики на основе визуализации кривой качания**

Методика на основе RCI была реализована на базе лабораторного дифрактометра ТРС производства СКБ Института кристаллографии РАН, принципиальная схема которого была предложена в [140]. Данный прибор представляет из себя многофункциональную измерительную платформу. Одно из основных достоинств ТРС заключается в открытости всех механических, детектирующих, электромеханических систем и легком доступе к ним. Также имеется возможность переконфигурации установки, в том числе с подключением дополнительных элементов. Это позволяет относительно легко производить изменения схемы и дополнять ее разным оборудованием, например, для создания внешних воздействий на образец.

Основными узлами дифрактометра являются: рентгеновская трубка с молибденовым анодом, затвор, коллимационные щели, блок кристалла-монокроматора, двукружный гониометр и детектор (рис. 2.5а). Управление движением моторов гониометра осуществляется контроллерами шаговых двигателей (рис. 2.5г). Регистрация рентгеновского излучения осуществляется пиксельным двумерным детектором с размером пикселя  $55 \text{ мкм}^2$  (рис. 2.5в). Для проведения исследований в условиях переменных механических воздействий, вызванных обратным пьезоэффектом, дифрактометр был оснащен устройствами для подачи и отслеживания электрических сигналов: генератор, осциллограф, усилитель, блок питания, анализатор спектра и другие (рис.2.5б).

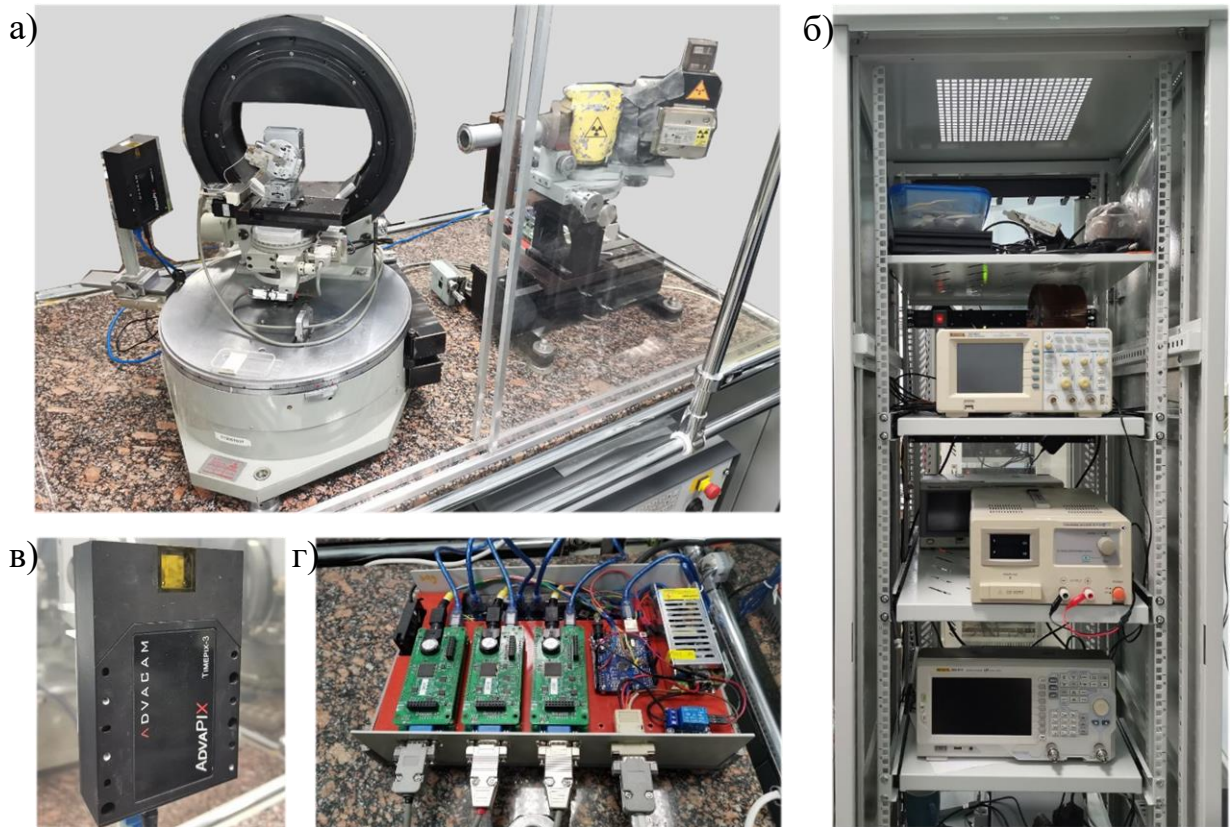


Рисунок 2.5. Установка для проведения экспериментов методом RCI: а) Общий вид механической части дифрактометра; б) серверный шкаф с лабораторным оборудованием для создания внешних воздействий на образец; в) пиксельный двумерный детектор; г) контроллеры шаговых двигателей для управления осями гониометра.

#### 2.4.1 Модернизация системы управления дифрактометром

Для проведения измерений методом RCI в автоматическом режиме была проведена модернизация системы управления дифрактометром. Расширен список устройств, включенных в систему автоматизированного управления параметрами эксперимента на основе Tango Controls [141], также развернута программа управления Sardana [142]. Данные программные решения изначально разрабатывались под нужды больших установок класса мегасайенс, преимущественно синхротронов. Они имеют открытый исходный код и предназначены для централизованного управления большим количеством устройств. Имея большое сообщество разработчиков и пользователей, данное программное обеспечение наследует лучшие практики проведения экспериментов и хорошо подходит под задачи проведения

автоматизированных исследований с использованием рентгеновского излучения.

Tango представляет собой распределенную объектно-ориентированную систему управления. Концепция управления реализована на основе методов и атрибутов объектов, или, по-другому, функций и переменных. Управление выполняется путем вызова методов. Объекты функционируют на базе серверов устройств, соответственно, ввод устройства в систему Tango осуществляется с помощью tango сервера устройства. Он представляет собой класс, в котором указываются все характеристики объекта в виде функций и переменных.

Sardana – это программный комплекс для контроля, управления и сбора данных на научных установках. Он основан на Tango и может применяться для непосредственного управления устройствами системы Tango, в том числе проведения различных сканирований. Для управления через Sardana, tango устройство должно быть введено в перечень sardana устройств через соответствующий контроллер. Контроллер – это sardana объект, который управляет связью с физическим или абстрактным оборудованием.

В рамках модернизации системы управления дифрактометром в список устройств централизованного автоматического управления на базе системы Tango был включен пиксельный двумерный детектор, для чего на языке Python были написаны соответствующие tango сервер и sardana контроллер. Также был написан sardana контроллер для контроллеров шаговых двигателей.

На рис. 2.6а показан перечень имеющихся tango устройств дифрактометра ТРС. Перечень представлен в Astor – утилите для удобного базового управления устройствами и отслеживания их статуса. На рис. 2.6б представлен список sardana контроллеров и устройств дифрактометра ТРС.

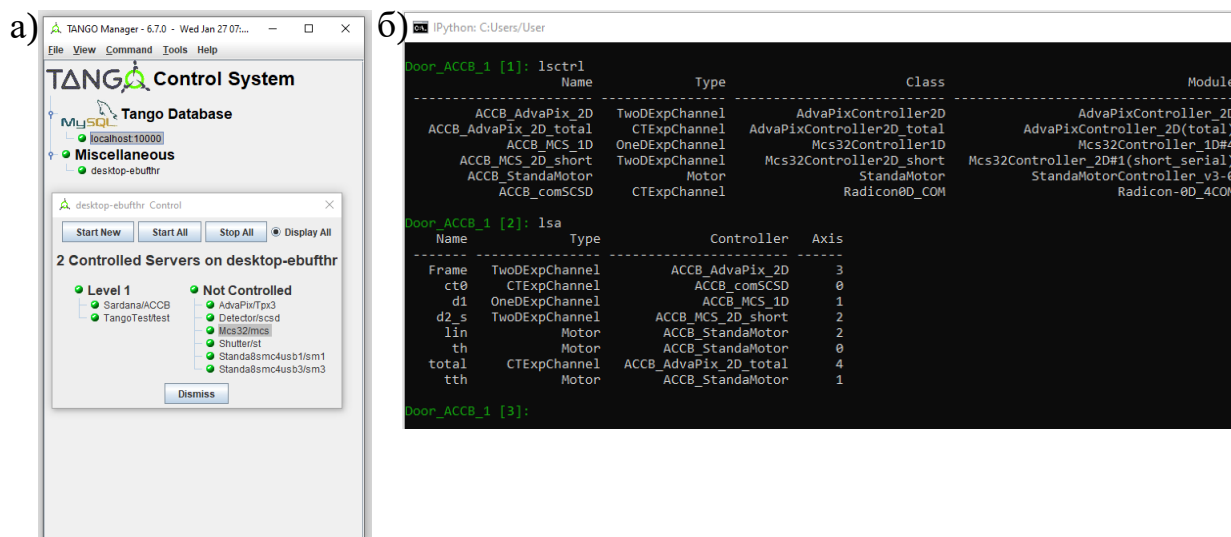


Рисунок 2.6. Перечень автоматизированного оборудования: а) список tango устройств в Astor, б) список sardana контроллеров (сверху) и устройств (снизу).

После внесения всех необходимых устройств дифрактометра в перечень sardana устройств, ими можно удобно управлять с помощью команд, прописываемых во встроенном интерфейсе командной строки для Sardana, который называется Sprock. В том числе из этого интерфейса можно запускать сканирования. Исходно в Sardana реализованы все стандартные виды сканирований, причем имеется возможность их гибкой настройки под конкретные задачи.

Таким образом, модернизированная система управления дифрактометром позволяет упростить и унифицировать процесс проведения экспериментов, а также оптимизировать способ хранения и обработки данных. С ее помощью можно легко и быстро вводить в систему управления новые физические устройства (на основе имеющихся tango серверов) и осуществлять гибкое управление из единой универсальной среды.

## Выводы к главе 2

На основе метода визуализации кривой качания предложена методика анализа деформаций кристаллических материалов в условиях упругих колебаний. Новая методика реализована на базе модернизированного лабораторного дифрактометра ТРС. В схему установки добавлен блок для

создания ультразвукового воздействия на образец, разработан алгоритм обработки экспериментальных результатов, развернута программа управления Sardana, расширен список устройств системы автоматизированного управления Tango.

Разработанная методика является универсальной для исследования широкого круга кристаллов, в том числе кристаллических резонаторов различных мод ультразвуковых колебаний. Она обладает пространственным разрешением до  $55 \text{ мкм}^2$ , 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 адаптивных элементах рентгеновской оптики на основе упругих колебаний.

## **Глава III. Анализ с помощью метода визуализации кривой качания деформационного поведения монокристаллов лангасита при ультразвуковых колебаниях**

### **3.1 Новый материал для адаптивной рентгеновской оптики**

Обычно для изготовления адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО) на основе упругих колебаний используется наиболее распространенный пьезоэлектрический материал – кварц. Он достаточно хорошо изучен, доступен и обладает высокой добротностью. Однако при рассмотрении кварца в качестве материала для изготовления рентгеноакустического резонатора имеется ряд недостатков: температурная нестабильность и прочность. Последняя характеристика особенно важна, так как диапазон перестройки параметра рентгеновского пучка напрямую зависит от напряжения управляющего ультразвукового сигнала (т.е. от амплитуды стоячей волны в кристалле). Высокое напряжение управляющего сигнала приводит к возникновению неупругих деформаций и последующему разрушению резонатора. Таким образом, диапазон перестройки АЭРО, помимо прочего, определяется прочностью используемого материала.

В рамках данной главы изучались возможности применения новых материалов для изготовления АЭРО, управляемых ультразвуком [3, 25, 27], в том числе с помощью разработанной методики для анализа деформаций кристаллической решетки. В качестве нового материала были выбраны относительно недавно появившиеся и нашедшие широкое применение пьезоэлектрические кристаллы семейства лангасита [143]. Они до сих пор являются объектом множества исследований, особенно в акустоэлектронике и пьезотехнике. Интерес к данному типу кристаллов обусловлен прежде всего превосходными пьезоэлектрическими свойствами. По сравнению с кварцем, традиционным кристаллом-пьезоэлектриком, кристаллы семейства лангасита обладают большим коэффициентом электромеханической связи (КЭМС),

также в них отсутствуют фазовые переходы ниже температуры плавления [144]. Преимущества кристаллов семейства лангасита делают их перспективным материалом для изготовления резонаторов и фильтров с высокой температурной стабильностью, а также для создания адаптивных рентгенооптических элементов. Применение кристаллов в качестве материала для изготовления каких-либо устройств требует, помимо прочего, изучения их деформационного поведения при эксплуатационных условиях.

В работе приведены исследования пространственного распределения деформаций в наиболее часто применяемом представителе семейства лангаситов – кристалле лангасита ( $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ , ЛГС) при воздействии ультразвука разных мод, т.е. в условиях эксплуатации АЭРО на основе упругих колебаний. Выбранный образец, как и кварц, относится к классу симметрии 32 ( $a = b = 8.170 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.098 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = 90^\circ$ ,  $\gamma = 120^\circ$ ), что делает его удобным и в то же время интересным объектом для апробации разработанной методики для исследования ультразвуковых резонаторов. Значения пьезоэлектрических модулей кристалла ЛГС составляет  $d_{11} = 6.15 \text{ пКл/н}$ ,  $d_{14} = -6.01 \text{ пКл/н}$ ,  $K_{\text{ЭМС}} (\text{ОАВ}) = 15.8 \%$  [145]. Тензоры пьезоэлектрических коэффициентов и упругой податливости приведены в формулах (1) и (2).

Исходя из класса симметрии, а также значений упругих и пьезоэлектрических постоянных, для кристалла лангасита X-среза были построены зависимости данных постоянных от угла поворота среза вокруг оси X.

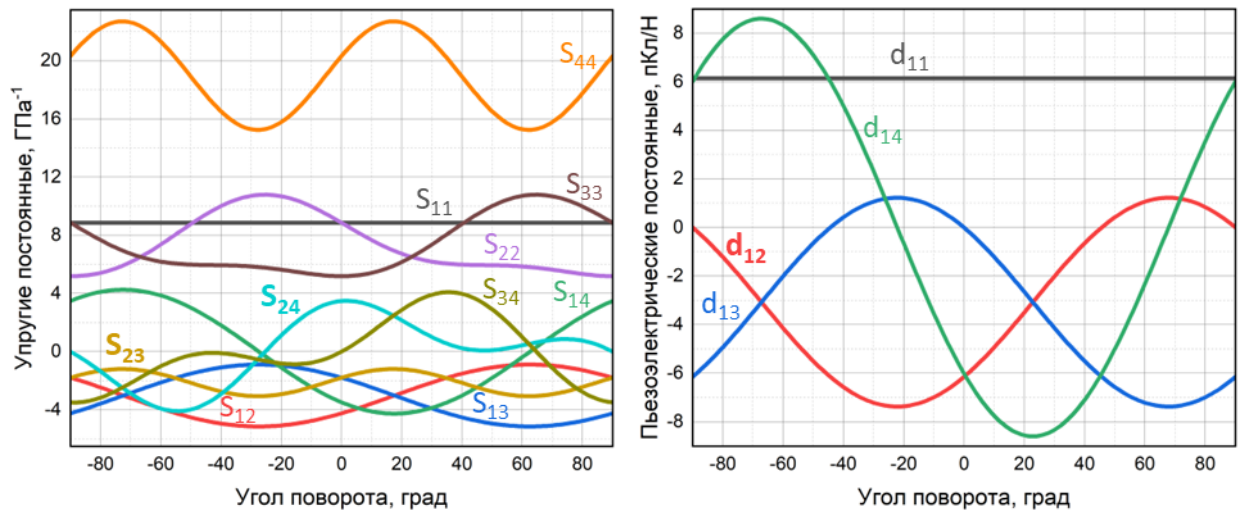


Рисунок 3.1. Зависимость упругих (слева) и пьезоэлектрических (справа) постоянных кристалла лангасита X-среза от угла поворота среза в плоскости YZ.

### 3.2 Предварительные исследования методом двухкристальной дифрактометрии

В ходе экспериментов проводилось исследование распределения деформаций вдоль поверхности монокристалла лангасита в условиях низкочастотного ультразвукового воздействия при помощи метода прецизионной двухкристальной рентгеновской дифрактометрии.

Эксперименты проводились на модифицированном дифрактометре ТРС, описание которого приведено в § 2.4. В качестве источника излучения использовалась рентгеновская трубка с Мо анодом и нормальным точечным фокусом  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ , в качестве монохроматора – совершенный кристалл Si(400). Для измерений выделялась характеристическая линия  $\text{MoK}_{\alpha 1}$  с энергией 17.479 кэВ. После монохроматора на расстоянии 30 см размещалась щель размером  $0.15 \times 10 \text{ мм}^2$ , от которой на расстоянии 30 см размещался кристаллический образец – плоская прямоугольная пластина из монокристалла ЛГС размером  $42 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$  (рис. 3.2а), отклонение торцевых граней от плоскопараллельности менее 1 мкм. Кристалл выращивался методом Чохральского в направлении оси X на предприятии АО «Фомос-Материалы». В работе использовался кристалл X-среза, повернутый от осей YZ на  $21^\circ$  против часовой стрелки вокруг X оси. Исходя из рис. 3.1 такая

ориентация позволяет получить относительно чистую моду продольных колебаний в плоскости  $YZ$  за счет максимального значения коэффициента  $d_{12}$  и уменьшения связи продольных колебаний со сдвиговыми  $S_{24}$ . Образец закреплялся на основном многокружном гониометре в специальном рентгеноакустическом кристаллодержателе (рис. 3.2б). Половины лицевых поверхностей образца были покрыты токопроводящим слоем серебра толщиной 200 мкм, через которые с помощью кристаллодержателя на образец подавался управляющий сигнал ультразвуковой частоты. Образец юстировался под угол Брэгга  $20.308^\circ$  для атомных плоскостей (440) в геометрии на отражение, глубина экстинкции  $\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1}) = 7.58$  мкм. Интенсивность дифрагированного пучка измерялась точечным сцинтилляционным детектором.

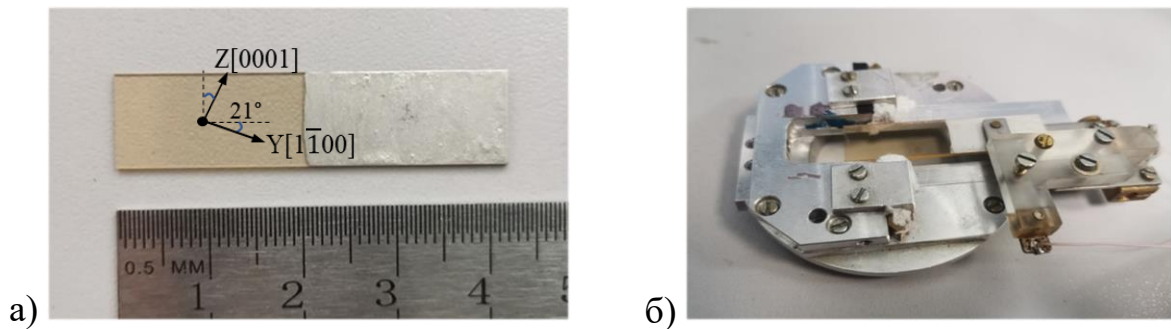


Рисунок 3.2. Фотографии образца лангасита с нанесенными электродами (а) и образца в кристаллодержателе (б).

После настройки системы подачи и контроля ультразвуковых колебаний, состоящей из генератора, усилителя и осциллографа, были проведены эксперименты по исследованию деформационного поведения образца при низкочастотном ультразвуке (УЗ) (напряжение управляющего сигнала 26.5 В, частота  $f_{\text{res}} = 96.5$  кГц – резонансная частота колебаний продольной моды). Для этого с помощью гониометра проводилась регистрация кривых качания вдоль поверхности образца при ультразвуковом воздействии. На рис. 3.3б представлено распределение полуширины кривой качания в свободной от электродов области кристалла с шагом 2 мм.

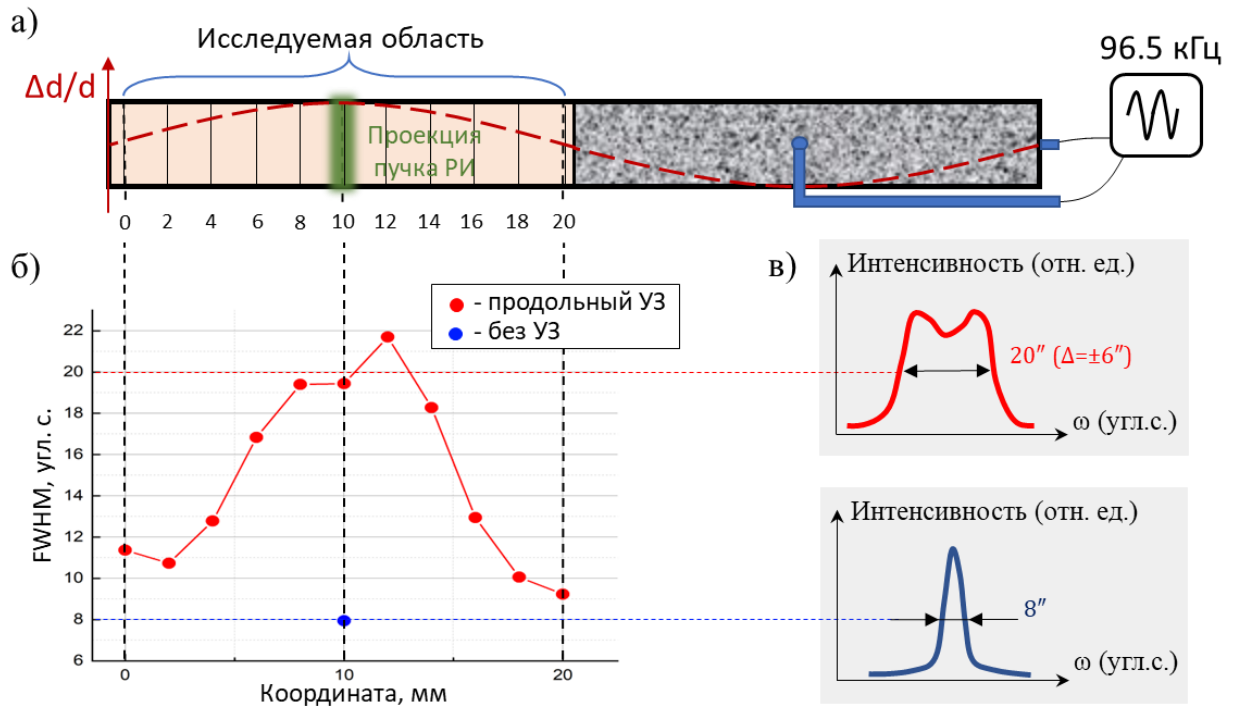


Рисунок 3.3. а) исследуемая область и расчетное распределение деформаций при продольном УЗ, б) распределение полуширины кривой качания вдоль поверхности кристалла при продольном УЗ (красная кривая) и без воздействия (синяя точка), в) схематичный вид кривой качания в центре исследуемой области при продольном УЗ (сверху) и без воздействия (снизу).

Представленные данные свидетельствуют о наличии на поверхности кристалла ЛГС градиента деформаций вдоль длины при воздействии УЗ продольной моды. Как видно из результатов, полуширина кривой качания при приближении к центру половины кристалла увеличивается (рис. 3.3б). В исследуемой области наблюдается одна продольная акустическая стоячая волна, что хорошо согласуется с физическими свойствами и параметрами исследуемого монокристалла ЛГС (группа симметрии, размер, срез, направление вектора напряженности электрического поля, частота управляющего сигнала). Для наглядности в точке, соответствующей центру половины кристалла (10 мм), отдельно схематично приведены кривые качания без ультразвука и с его воздействием (рис. 3.3в). Полуширина в этой точке увеличилась с 8" до 20", что, с учетом известного угла Брэгга  $20.308^\circ$  и формул (4) и (5), соответствует относительной деформации  $\Delta d/d_0 \approx 0.79 \times 10^{-4}$ .

Также в случае возбуждения продольных УЗ колебаний наблюдается раздвоение рефлекса (рис. 3.3в сверху). При воздействии УЗ продольной моды в кристалле возникают деформации по типу сжатие-растяжение. Каждой фазе колебаний соответствует определенное значение межплоскостного расстояния  $d$ , и, соответственно, определенный угол дифракции. Интегральная по времени кривая качания непрерывно колеблющегося кристалла является угловой разверткой всех фаз колебаний, т.е. всех углов дифракции. Так как кристалл колеблется по гармоническому закону, большую часть периода он находится в окрестностях экстремумов. Таким образом получается характерное двугорбое уширение исходной кривой, где крайние пики соответствуют состоянию максимального сжатия и растяжения (см. рис. 2.4).

Для более детального исследования пространственного распределения деформаций, в том числе вдоль высоты, была применена описанная во 2 главе методика на основе метода визуализации кривой качания (Rocking Curve Imaging, RCI).

### **3.3 Методика проведения экспериментов с помощью модифицированного метода визуализации кривой качания**

Рентгенооптическая схема модифицированного метода RCI представлена на рис. 3.4. Рентгеновское излучение генерировалось рентгеновской трубкой с Мо анодом и тонким линейным фокусом  $0.4 \times 12 \text{ мм}^2$ . В качестве монохроматора использовался ассиметрично вырезанный кристалл Si(440), с помощью которого уширялось поперечное сечение рентгеновского пучка. Коэффициент асимметрии монохроматора  $b = 0.025$ . Поперечный размер падающего на образец пучка составлял около 8 мм. Регистрация топограмм осуществлялась с помощью пиксельного 2D детектора AdvaPIX TRX3 с CdTe матрицей, расположенного на расстоянии 20 см от образца. Матрица детектора содержит  $256 \times 256$  пикселей, размер одного пикселя  $55 \times 55 \text{ мкм}^2$ , соответственно окно детектора составляет  $14 \times 14 \text{ мм}^2$ . Таким образом, при проведении исследований с использованием данного 2D детектора, метод

визуализации кривой качания позволяет оценить совершенство кристаллической структуры с пространственным разрешением до  $55 \text{ мкм}^2$ .

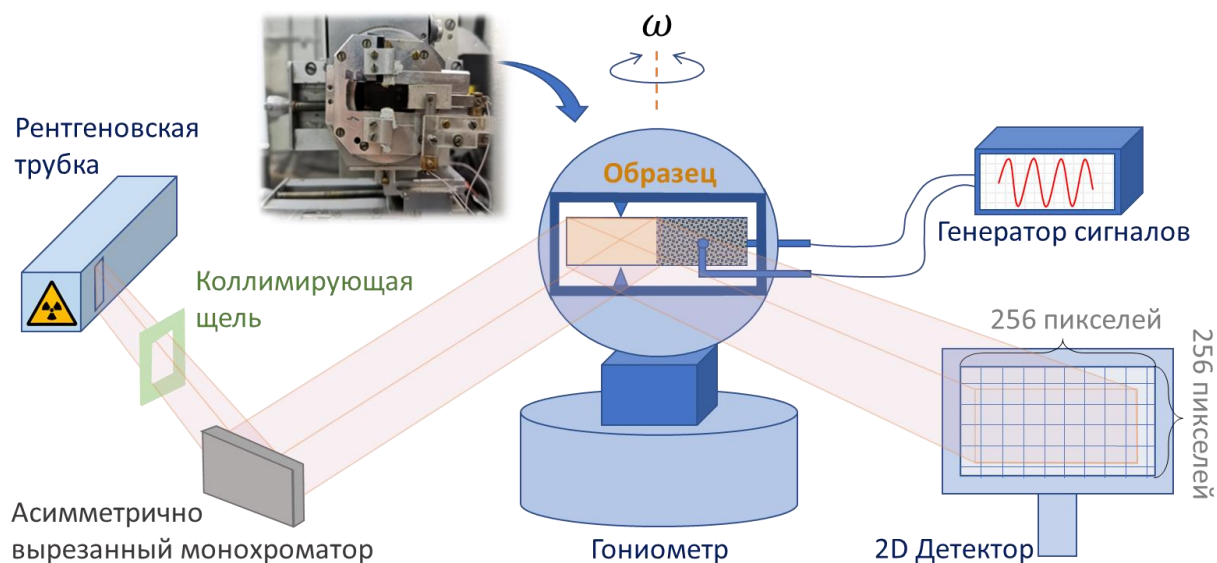


Рисунок 3.4. Рентгенооптическая схема экспериментальной установки.

В процессе проведения измерений осуществлялось  $\omega$ -сканирование вокруг точного угла Брэгга. При каждой угловой отстройке образца записывалась отдельная топограмма. Далее полученная серия топограмм разбивалась по пикселям для составления «локальных» кривых качания. Исходя из совокупности «локальных» кривых составлялись карты основных параметров кривой качания (рис. 3.5). Детальное описание процесса обработки данных приведено в § 2.2.

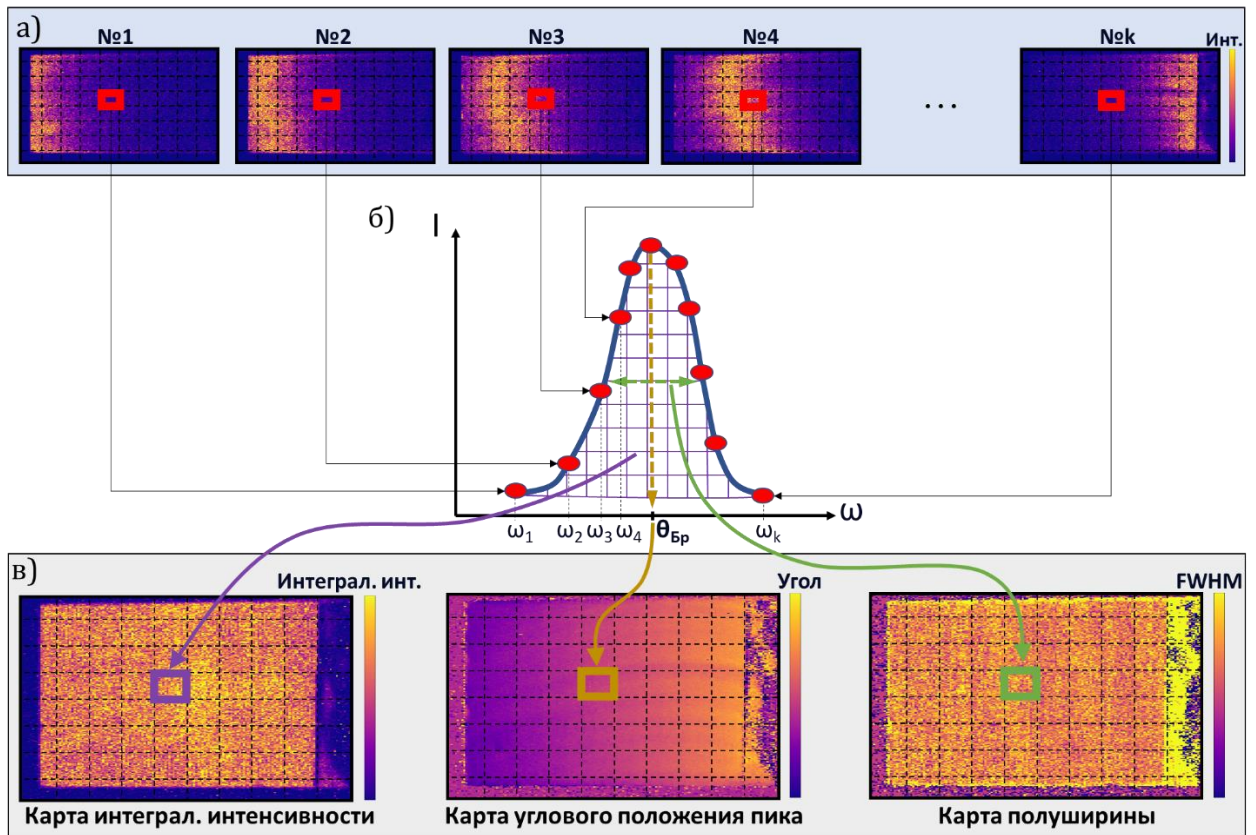


Рисунок 3.5. Пример обработки результатов, полученных методом RCI: а) исходная серия топограмм, б) «локальная» кривая качания от определенной области, соответствующей одному пикселю, в) карты основных параметров кривой качания.

Рентгеновский пучок засвечивал свободную от электродов половину кристалла (рис. 3.6). Анализировались атомные плоскости (440) в геометрии Брэгга. В ходе экспериментов проводились  $\omega$ -сканирования (т.е. регистрировались серии топографических изображений) при трех условиях:

- при отсутствии какого-либо воздействия;
- при низкочастотном ультразвуке (частота  $f_{\text{res}} = 96.5$  кГц), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды;
- при высокочастотном ультразвуке (частота  $f_{\text{res}} = 2.79$  МГц), соответствующем возбуждению колебаний поперечной моды.

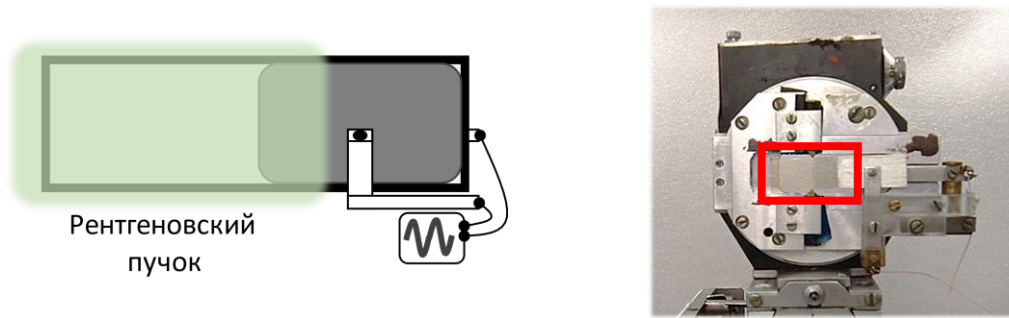


Рисунок 3.6. Схема подачи сигнала и область засветки кристалла (слева), закрепленный в кристаллодержателе образец с выделенной исследуемой областью (справа).

### 3.4 Рентгеновская топография монокристалла лангасита при ультразвуковых колебаниях разных частот

Изначально были записаны топограммы в точном брэгговском положении при отсутствии внешних воздействий и при низкочастотном УЗ (рис. 3.7). Исходя из размера образца и количества пикселей в его дифракционной топограмме, пространственное разрешение получаемых данных составляет около 110 мкм в горизонтальном и 55 мкм в вертикальном направлении.

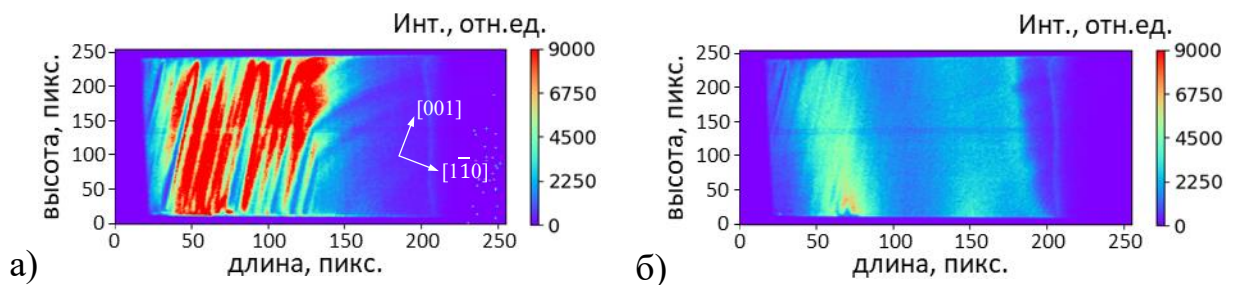


Рисунок 3.7. Топограммы в точном брэгговском положении при: а) отсутствии внешних воздействий, б) при низкочастотном ультразвуке. Размер пикселя  $55 \times 55$  мкм<sup>2</sup>, вектор дифракции нормален плоскости рисунка.

Горизонтальная полоса по центру топограмм обусловлена особенностями падающего пучка и не берется во внимание. На топограмме при отсутствии внешних воздействий (рис. 3.7а) явно прослеживается полосчатая структура. Учитывая, что кристалл выращивался методом Чохральского, полосы обусловлены границей раздела расплав-кристалл, т.е. фронтом кристаллизации. При воздействии низкочастотного ультразвука (рис.

3.7б) вклад деформаций от данных полос снижается. Так, можно заключить, что ростовая полосчатость существенно не влияет на функционирование резонатора. Максимальная интенсивность при ультразвуке значительно уменьшается, а дифрагированные лучи регистрируются почти со всей засвечиваемой поверхности. Данные обстоятельства свидетельствуют о колебаниях параметра решетки.

Далее проводились измерения с помощью разработанной методики на основе метода RCI при разных условиях внешних воздействий. На рис. 3.8 приведены карты основных параметров кривой качания (результат обработки серии топограмм вблизи угла Брэгга) для случая низкочастотного УЗ.

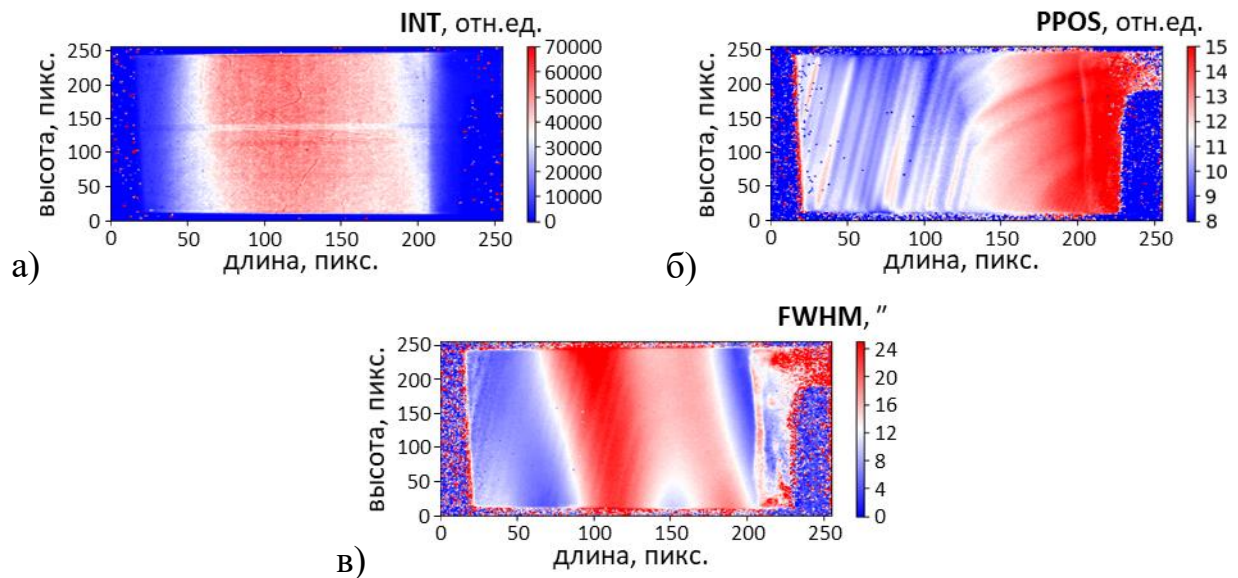


Рисунок 3.8. Карты основных параметров кривой качания при низкочастотном ультразвуке с амплитудой управляющего сигнала 13.3В: а) карта интегральной интенсивности, б) карта углового положения пика, в) карта полуширины.

По карте интегральной интенсивности (рис. 3.8а) можно сделать вывод об относительно однородной кристаллической структуре образца ввиду отсутствия резких скачков контраста. На карте углового положения пика (рис. 3.8б) явно прослеживаются полосы роста. В области этих дефектов угловое положение изменяется на 1-2". Также наблюдаются разные значения углового положения пика в области свободного края (слева) и области у электрода (справа). Разница может свидетельствовать об изгибе кристаллической

решетки, например, из-за напряжения от поджатия подводящих контактов и фиксирующих креплений кристаллодержателя.

На карте полуширины (рис. 3.8в) наблюдается наиболее выраженный контраст. В случае интегральных по времени измерений данный параметр кривой качания весьма наглядно отражает пространственное 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. Несимметричный вид получаемой картины может быть обусловлен деформациями, возникающими в результате поджима образца с целью его фиксации.

Для сравнения деформаций, возникающих под воздействием УЗ колебаний разных мод, на рис. 3.9 приведены только карты полуширины ввиду их наибольшей информативности по сравнению с картами других параметров. Размер и оси карт приведены к размеру исследуемой области.

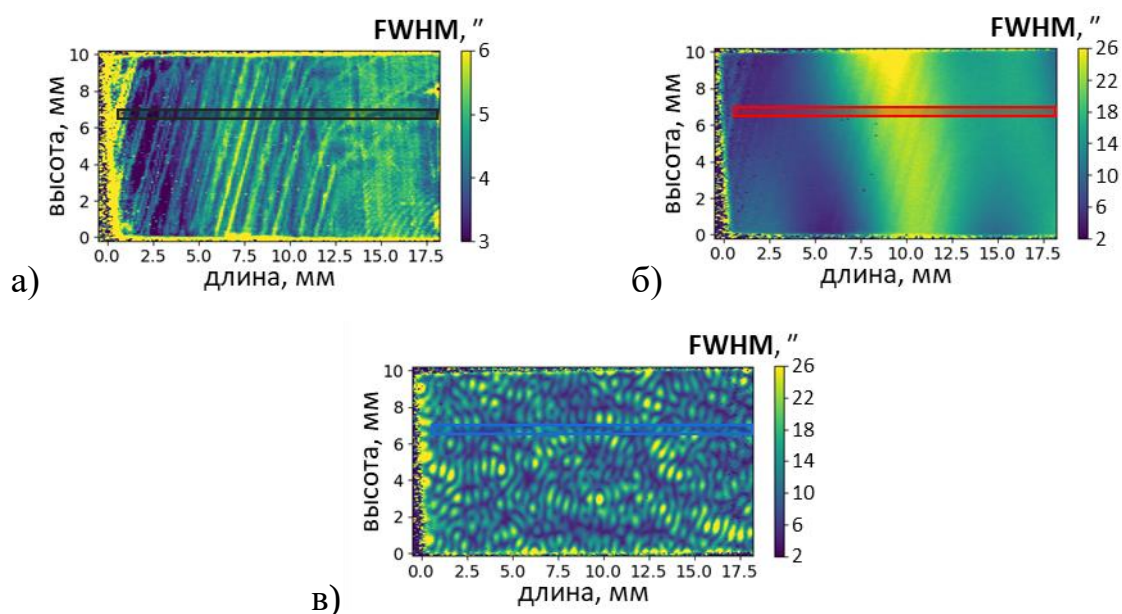


Рисунок 3.9. Карты полуширины при: а) отсутствии внешних воздействий, б) низкочастотном УЗ (управляющий сигнал 13.3 В), в) при высокочастотном УЗ (управляющий сигнал 18.1 В).

При отсутствии внешних воздействий (рис. 3.9а) прослеживается изгиб полосчатой структуры в районе области с электродом. Изменение направления полос роста обусловлено секториальным ростом [146], так как исследуемый кристалл вырезался из периферийной области булы, выращенной в направлении Х. Ультразвуковое воздействие приводит к сильному изменению исходной карты полуширины. При низкочастотном УЗ (рис. 3.9б), как отмечалось ранее, в кристалле наблюдается продольная стоячая волна. В случае высокочастотного УЗ (рис. 3.9в) карта имеет ячеистый характер. Области с высоким значением полуширины имеют форму эллипса с преимущественно вертикальным направлением большой оси. Влияние ростовой полосчатости на распределение деформаций от низкочастотного и высокочастотного УЗ не прослеживается.

Для численной оценки деформаций при разных условиях ультразвука было построено усредненное горизонтальное сечение карт полуширины. Области сечения выделены цветом на рис. 3.9.

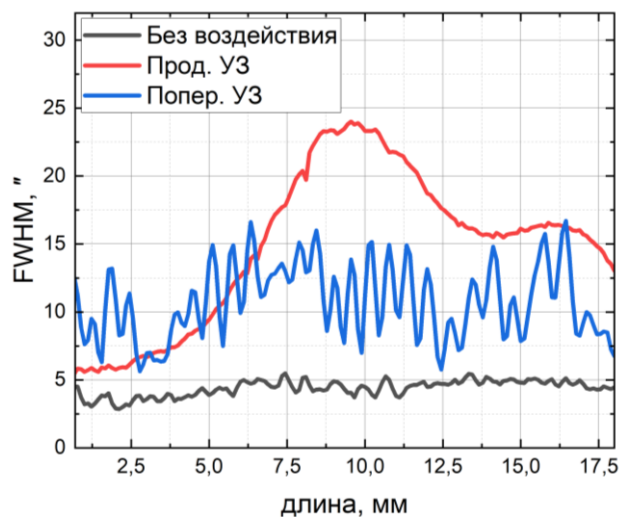


Рисунок 3.10. Усредненное горизонтальное сечение карт полуширины при: отсутствии внешних воздействий (черная кривая), низкочастотном ультразвуке ( $U = 13.3$  В) (красная кривая), высокочастотном ультразвуке ( $U = 18.1$  В) (синяя кривая).

Среднее значение полуширины при отсутствии внешних воздействий составляет 4.5" (рис. 3.10, черная кривая). В области дефектов в виде полос роста полуширина варьируется в диапазоне  $\pm 1''$  от среднего. Для случая

низкочастотного УЗ (красная кривая) форма распределения полуширины отличается от симметричной полусинусоиды (формы распределения деформаций при наличии одной стоячей волны (рис. 1.8). Наблюдается несколько пучностей стоячих волн, 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 их деформации могут оказаться сравнимыми с продольными деформациями. При низкочастотном УЗ полуширина в центральной пучности (область с абсциссой 10 мм) увеличилась до 24", что соответствует относительной деформации  $\Delta d/d_0 \approx 1.27 \times 10^{-4}$ . При высокочастотном УЗ (синяя кривая) «паразитные» моды возникают еще эффективнее, что приводит к образованию достаточно сложной картины высокочастотных локальных минимумов и максимумов [6].

Стоит отметить, что у исследуемого образца при низкочастотном УЗ воздействии центральная пучность имеет относительно большой продольный размер, а также несильно отклонена от направления высоты кристалла. Соответственно, такое распределение деформаций в совокупности с полученным высоким значением относительной деформации позволяет сделать вывод о пригодности использования кристаллов ЛГС в качестве материала для изготовления продольных АЭРО.

### **3.5 Рентгеновская топография монокристаллов лангасита под низкочастотным ультразвуковым воздействием**

С целью демонстрации возможностей разработанной методики на основе метода RCI исследовались схожие кристаллы ЛГС из той же партии, но вырезанные из разных частей були. Как и ранее, анализировались атомные плоскости (440) в геометрии Брэгга. Измерения проводились при следующих условиях: без внешнего воздействия и при низкочастотном УЗ с различными параметрами. Эксперименты выполнялись на аналогичном лабораторном

дифрактометре, отличающемся от предыдущего только фокусом источника (новое значение  $1 \times 10 \text{ мм}^2$ ).

Первоначально проводились измерения кристалла ЛГС, по размерам идентичного ранее исследуемому образцу. По карте полуширины без УЗ воздействия (рис. 3.11а) можно отметить хорошее качество кристаллической структуры, поверхность однородная.

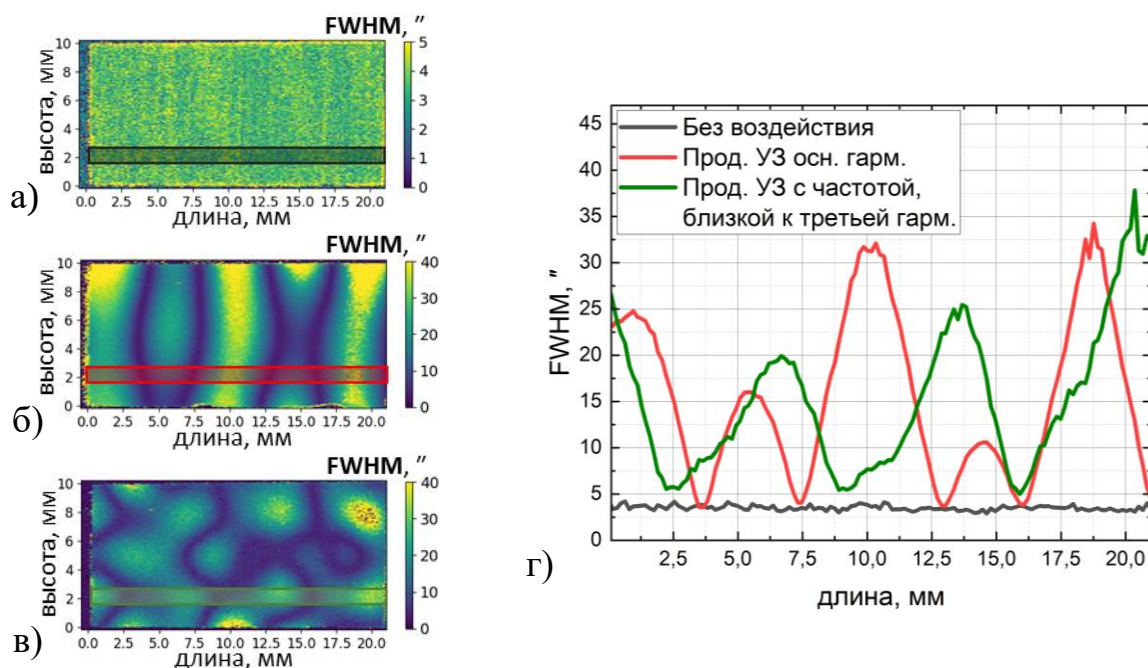


Рисунок 3.11. Карты полуширины кристалла ЛГС, по размерам идентичного ранее исследуемому образцу, без внешнего воздействия (а) и при низкочастотном УЗ двух разных частот:  $f_{\text{res}} = 96.59 \text{ кГц}$  ( $U = 20 \text{ В}$ ) (б) и  $f_{\text{res}} = 323 \text{ кГц}$  ( $U = 45 \text{ В}$ ) (в), а также их усредненное горизонтальное сечение (г).

При низкочастотном УЗ воздействии возникает сильный контраст полуширины, четко прослеживаются области пучностей и узлов стоячей волны. Для случая УЗ с частотой первой гармоники продольной моды ( $f_{\text{res}} = 96.59 \text{ кГц}$ ) и амплитудой управляющего сигнала  $20 \text{ В}$  наблюдается как минимум пять продольных стоячих волн в исследуемой области (рис. 3.11б). Для демонстрации нелинейности проявления «паразитных» мод, данный образец был исследован при воздействии УЗ с частотой  $f_{\text{res}} = 323 \text{ кГц}$ , близкой к частоте третьей гармоники продольной моды, и амплитудой управляющего сигнала  $45 \text{ В}$  (амплитуда сигнала была увеличена для получения более

наглядной картины деформаций, сопоставимой со случаем воздействия УЗ первой гармоники). При данном воздействии деформации имеют достаточно разупорядоченное распределение (рис. 3.11в), явно отличающееся от распределения при первой гармонике с учащенными в три раза деформациями вдоль длины кристалла.

Исходя из сечения карт (рис. 3.11г), стоит отметить равенство полуширины при УЗ первой гармоники (красная кривая) в области узлов и полуширины для случая без УЗ воздействия (черная кривая). То есть в этих областях кристалл при воздействии УЗ первой гармоники не деформируется, что действительно соответствует определению узла стоячей волны. При УЗ с частотой  $f = 323$  кГц (зеленая кривая) по направлению длины образца распределение деформаций в окрестностях узлов имеет несимметричный вид.

Далее исследовался кристалл ЛГС меньшей толщины, размер  $42 \times 10 \times 0.5$  мм<sup>3</sup>. По карте полуширины без УЗ (рис. 3.12а) можно отметить относительно хорошее качество кристаллической структуры, несмотря на наличие деформаций в виде полос роста. Измерения в условии воздействия низкочастотного УЗ ( $f_{\text{рез}} = 95.87$  кГц) проводились при разной амплитуде управляющего сигнала от 5 до 20 В с шагом 5 В (рис. 3.12б-д). Видно, что по мере увеличения амплитуды увеличиваются и деформации решетки, а также более четко очерчиваются возникающие стоячие волны. Так, при амплитуде 20 В (рис. 3.12д) наблюдается наиболее детализированная деформационная картина, в исследуемой области прослеживается не менее семи продольных стоячих волн.

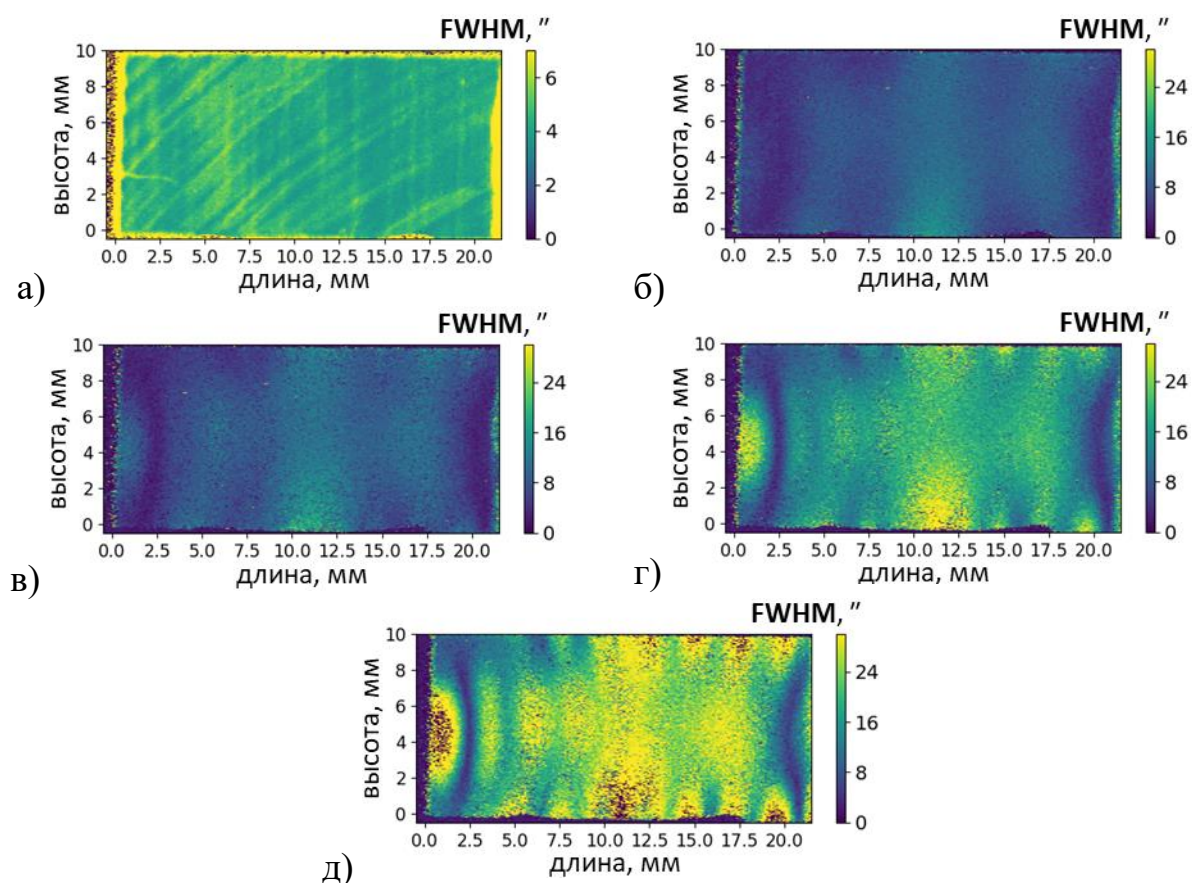


Рисунок 3.12. Карты полуширины кристалла ЛГС меньшей толщины (размер  $42 \times 10 \times 0.5$  мм<sup>3</sup>) без внешнего воздействия (а) и при низкочастотном УЗ с разным значением амплитуды управляющего сигнала (б-д).

Кристаллы ЛГС, представленные в данной главе, имеют различное распределение деформаций при низкочастотном УЗ. Это может быть обусловлено в первую очередь тем, что кристаллы вырезались из разных частей були [147], а также влиянием механических напряжений от крепления в кристаллодержателе и разницей в размере (последний образец имел в два раза меньшую толщину).

### Выводы к главе 3

Апробирована разработанная методика на основе метода визуализации кривой качания, позволяющая проводить комплексный анализ деформационного поведения кристаллов в условиях вибрационной нагрузки. Показано влияние ультразвуковых колебаний различных мод на кристаллы лангасита X-среза: получено пространственное распределение дефектов и

деформаций, локализованы узлы и пучности стоячих волн, проведена количественная оценка деформаций [A1].

Для случая низкочастотных колебаний определено, что помимо продольной стоячей волны основной гармоники, в кристалле присутствуют нечетные гармоники. Их наличие обусловлено «паразитными» модами, возникающими из-за границ кристалла. При увеличении частоты колебаний влияние данных мод резко увеличивается, что приводит к разупорядоченности картины деформаций. Так, для случая высокочастотных колебаний определено, что деформации имеют достаточно сложный ячеистый характер локальных максимумов и минимумов по всей поверхности кристалла.

Рассчитана максимальная относительная деформация по толщине образца при воздействии низкочастотного ультразвука  $\Delta d/d_0 \approx 1.27 \times 10^{-4}$  (амплитуда управляющего сигнала 13.3 В). Исходя из полученного распределения деформаций при ультразвуковом воздействии и высокого значения относительной деформации показано, что кристаллы лангасита являются высокоэффективными кристаллами-пьезоэлектриками, пригодными для создания адаптивных элементов рентгеновской оптики на основе упругих колебаний.

## **Глава IV. Исследование напряжений кристаллической решетки монокристаллов кварца ( $\text{SiO}_2$ ) при ультразвуковом воздействии методом визуализации кривой качания**

### **4.1 Описание образцов и методика проведения экспериментов**

В данной главе исследовались напряжения кристаллической решетки монокристаллов кварца ( $\text{SiO}_2$ ) при ультразвуковых колебаниях разных мод. Кварц относится к классу симметрии 32 ( $a = b = 4.9133 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.4053 \text{ \AA}$ ), значения пьезоэлектрических моделей  $d_{11} = 2.31 \text{ пКл/н}$ ,  $d_{14} = 0.73 \text{ пКл/н}$ , КЭМС (OAB) = 7 % [148]. Кристаллы кварца являются наиболее часто используемыми кристаллами-пьезоэлектриками ввиду относительной доступности, высокой добротности и возможности выращивания кристаллов большого размера оптического качества. Они широко применяются в электронике, прежде всего для изготовления высококачественных резонаторов и фильтров [26, 29]. Также кристаллы кварца имеют относительно хорошие рентгенооптические свойства.

В работе использовались два кристалла кварца, 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 (рис. 1.6), что уменьшает нежелательную связь продольных колебаний с колебаниями сдвига. 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. Для подачи переменного электрического сигнала на образцы были нанесены электроды: на половину лицевых поверхностей для прямоугольного кристалла и на лицевые поверхности (диаметр электродов 12.5 мм) для круглого. Кристаллы располагались в соответствующих специальных

кристаллодержателях, через которые осуществлялся подвод управляющего сигнала резонансной частоты. Кристаллодержатель для кристалла круглой формы был оснащен кольцевыми контактами. Фотографии образцов и их специальных кристаллодержателей представлены на рис. 4.1.

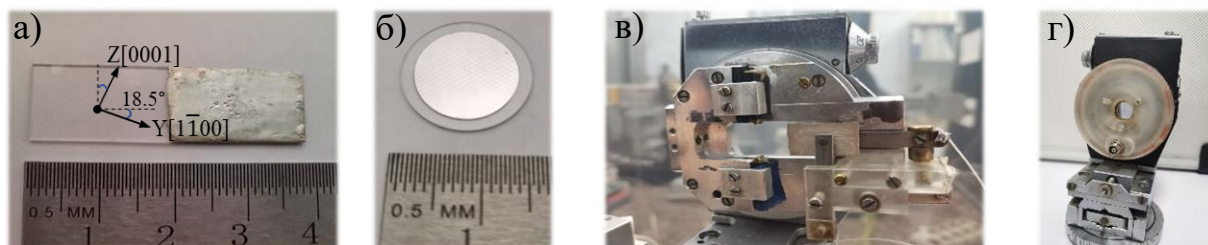


Рисунок 4.1. Фотографии образцов кварца с нанесенными электродами (а – прямоугольный, б – круглый) и образцов в кристаллодержателе (в и г соответственно).

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. 3.4), фокус источника составлял  $1 \times 10 \text{ мм}^2$ . В процессе экспериментов регистрировались топографические изображения при разных угловых отстройках образца вокруг точного брэгговского положения ( $\omega$ -сканирование), затем полученные кадры группировались в серию. Серия разбивалась по пикселям для составления «локальных» кривых качания, на основе которых, в свою очередь, формировались карты пространственного распределения основных параметров кривой качания.

## 4.2 Исследование деформационного поведения монокристалла кварца ( $\text{SiO}_2$ ) при низкочастотном ультразвуковом воздействии

В ходе исследования устанавливалось пространственное распределение деформаций и определялось их максимальное значение в образце прямоугольной формы при воздействии низкочастотного ультразвука (УЗ). Анализировались разные наборы атомных плоскостей, для каждого набора проводились измерения при двух условиях: без внешнего воздействия и при низкочастотном УЗ ( $f_{\text{res}} = 122.77 \text{ кГц}$ , напряжение управляющего сигнала 45 В), соответствующем возбуждению колебаний продольной моды.

Изначально исследовался рефлекс (330) в геометрии на отражение, глубина экстинкции  $\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1}) = 246.37$  мкм. Широкий рентгеновский пучок засвечивал свободную от электродов половину образца. На рис. 4.2 приведены карты основных параметров кривой качания для двух случаев внешних воздействий.

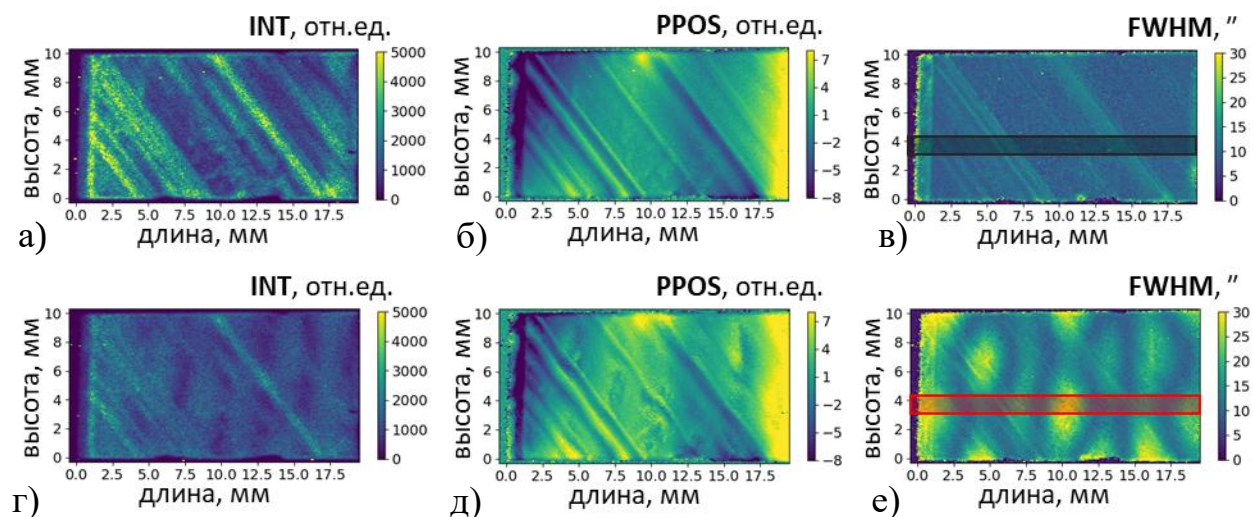


Рисунок 4.2. Карты основных параметров кривой качания, полученные для прямоугольного образца в геометрии на отражение, при отсутствии внешних воздействий (а – карта интегральной интенсивности, б – карта углового положения пика, в – карта полуширины) и при низкочастотном УЗ (г-е – аналогичные параметры).

Исходя из данных, полученных при отсутствии внешних воздействий (рис. 4.2а-в), видно, что в образце присутствует полосчатая структура. Так как кристалл выращивался гидротермальным способом, наклонные полосы являются полосами роста. Эти дефекты особенно четко выражены на карте углового положения пика кривой качания (рис. 4.2б). Помимо ростовой полосчатости на данной карте вдоль длины образца прослеживается небольшое плавное изменение значения углового положения пика, что может свидетельствовать об изгибе кристаллической решетки, например, вследствие напряжений от поджима кристаллодержателя. Также наблюдается резкое повышение значения углового положения у края с электродом (справа), что может быть обусловлено деформациями от слоя электрода. На всех картах

прослеживается вертикальная полоса рядом со свободным краем (слева), она связана с особенностями дифракции от торцевой грани кристалла.

Влияние низкочастотного УЗ наиболее четко прослеживается на карте полуширины (рис. 4.2е), так как она имеет наибольший контраст. Отчетливо видны области с высоким значением полуширины, они соответствуют пучностям стоячих волн, возникающих в кристалле. Зарегистрированная картина отличается от расчетного распределения деформаций при наличии одной продольной стоячей волны. Возникновение нескольких пучностей стоячих волн обусловлено интерференцией разных акустических мод [2]. Для исследуемого образца кварца «паразитные» моды сильно проявляются даже на основной гармонике продольных колебаний, что связано в первую очередь с низкой плоскопараллельностью торцевых граней. Также явно выраженные волны вдоль высоты кристалла, помимо прочего, могут быть обусловлены неточностью изготовления образца, а именно погрешностью при определении угла среза.

Полученные карты полуширины позволяют определить деформации кристаллической решетки в основном на качественном уровне. Для количественной оценки деформаций было построено их усредненное горизонтальное сечение (рис. 4.3), области сечения отмечены на соответствующих картах цветом. Без внешнего воздействия полуширина по области сечения  $\sim 10''$  (черная кривая). При возбуждении продольного УЗ (красная кривая) полуширина в области центральной пучности увеличилась до  $28.5''$ , что, с учетом известного угла Брэгга  $25.664^\circ$  и формул (4) и (5), 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, т.е. в данных областях кристалл не деформируется. Свободный край исследуемой области (слева) считался не информативным, так как там наблюдалось искажение рентгенодифракционных данных из-за краевых эффектов.

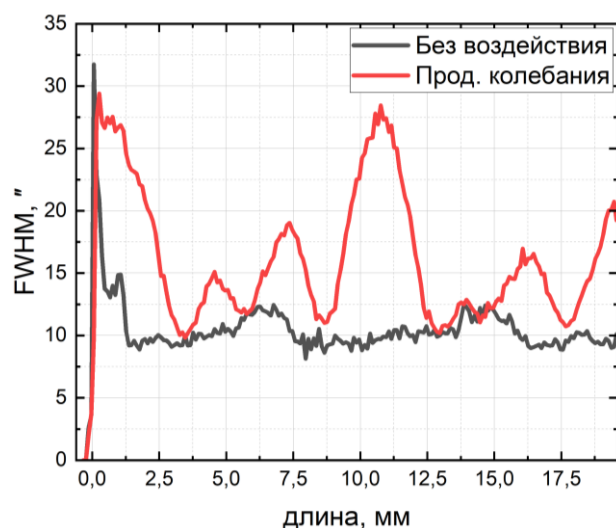


Рисунок 4.3. Усредненное горизонтальное сечение карт полуширины, полученных для прямоугольного образца в геометрии на отражение, при отсутствии внешних воздействий (черная кривая) и при низкочастотном УЗ (красная кривая).

Далее исследовался рефлекс (220) в геометрии на отражение, глубина экстинкции  $\mu^{-1}(\text{MoK}_{\alpha 1}) = 164.25$  мкм. Распределение деформаций имеет аналогичный вид, поэтому карты для данного рефлекса не приводятся. Полуширина в центральной пучности увеличилась с 10" до 25", что соответствует относительной деформации  $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$ . Более высокое значение относительной деформации по сравнению с рефлексом (330) связано с разной глубиной экстинкции.

Затем исследовался рефлекс (400) в геометрии на прохождение. В отличие от кристалла лангасита, кварц не содержит тяжелых элементов, поэтому интенсивности излучения от рентгеновской трубки было достаточно для исследования его объема. Ввиду относительно малой толщины образца можно считать, что каждый пиксель топограммы соответствует определенной области образца. Наложение лучей, дифрагированных с разной глубины кристалла, считается минимальным. На рис. 4.4 приведены карты полуширины кривой качания (ввиду их наибольшей информативности по сравнению с картами других параметров) при отсутствии внешних воздействий и при низкочастотном УЗ, а также их сечение.

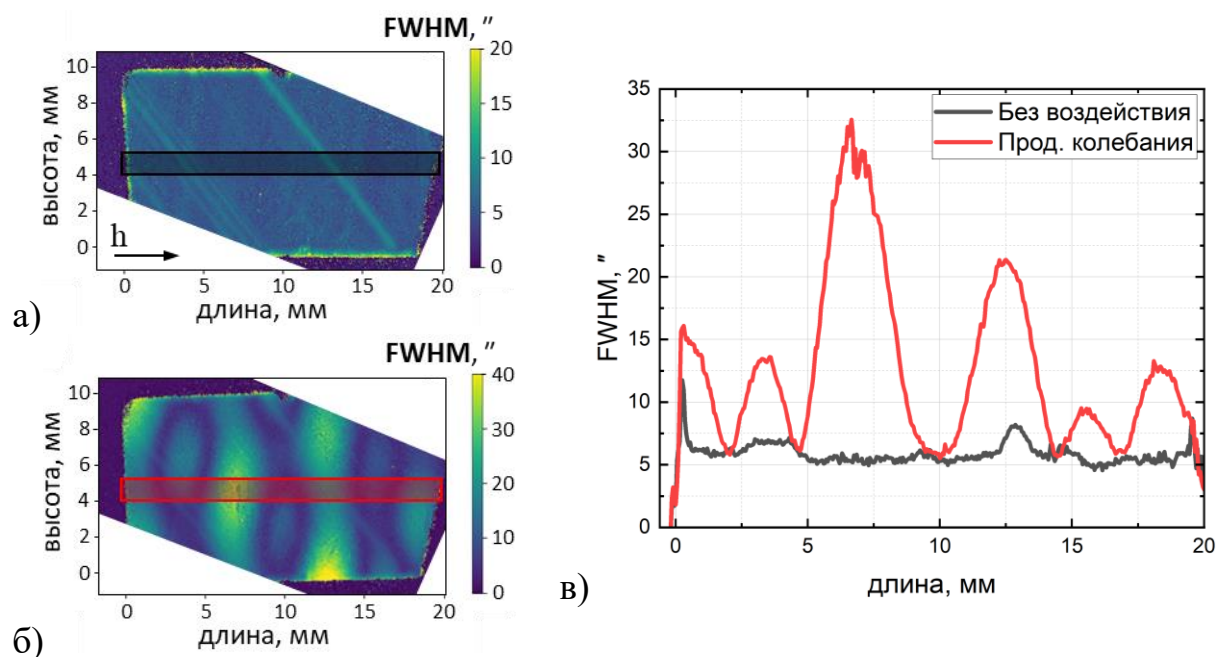


Рисунок 4.4. Карты полуширины кривой качания, полученные для прямоугольного образца в геометрии на прохождение, при отсутствии внешних воздействий (а) и при низкочастотном УЗ (б), а также их усредненное горизонтальное сечение (в). Стрелкой показано направление вектора дифракции  $h$ .

Для исследования свободной от электродов области целиком проводилось несколько измерений при смещении кристалла относительно пучка. Затем карты, полученные от соседних участков, сшивались. При отсутствии внешних воздействий (рис. 4.4а), как и ранее, прослеживаются наклонные полосы роста. При воздействии низкочастотного УЗ (рис. 4.4б) возникают области с различными значениями деформаций, в кристалле наблюдаются стоячие волны. Исходя из сечения карт (рис. 4.4в) полуширина в пучности с максимальной деформацией увеличилась с 5.5" до 31", 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.

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 Лауэ проекция пучка на образце меньше и направление вектора дифракции близко к направлению возникающих «первичных» деформаций вдоль длины кристалла. В целом,

картины деформаций при УЗ колебаниях продольной моды, полученные в разных геометриях, имеют схожий вид.

Представленные результаты для кварцевого резонатора прямоугольной формы достаточно хорошо согласуются с полученным ранее распределением амплитуды деформации вдоль длины составного резонатора из кварца и германия при возбуждении продольного УЗ (рис. 4.5) [2]. Однако в работе применялся метод двухкристальной дифрактометрии, при котором бывает затруднительно проводить оценку деформаций вдоль высоты образца. Также полученное распределение имело относительно малое пространственное разрешение, и его регистрация занимала много времени, требуемого для картирования поверхности.



Рисунок 4.5. Распределение полуширины кривой дифракционного отражения при включенном продольном УЗ, отражающее распределение амплитуды деформации для составного резонатора  $\text{SiO}_2 + \text{Ge}$ .

### 4.3 Исследование деформационного поведения монокристалла кварца ( $\text{SiO}_2$ ) при высокочастотном ультразвуковом воздействии

В заключение проводилось исследование пространственного распределения деформаций в образце круглой формы при воздействии высокочастотного УЗ. Анализировались атомные плоскости (020) в геометрии Лауэ. Пучок засвечивал покрытую электродами центральную область образца с диаметром  $\sim 10$  мм. Измерения выполнялись при двух условиях: без внешнего воздействия и при высокочастотном УЗ ( $f_{\text{res}} = 4.394$  МГц,

напряжение управляющего сигнала 10 В), соответствующем возбуждению колебаний поперечной моды. На рис. 4.6 представлены карты основных параметров кривой качания для двух случаев внешних воздействий.

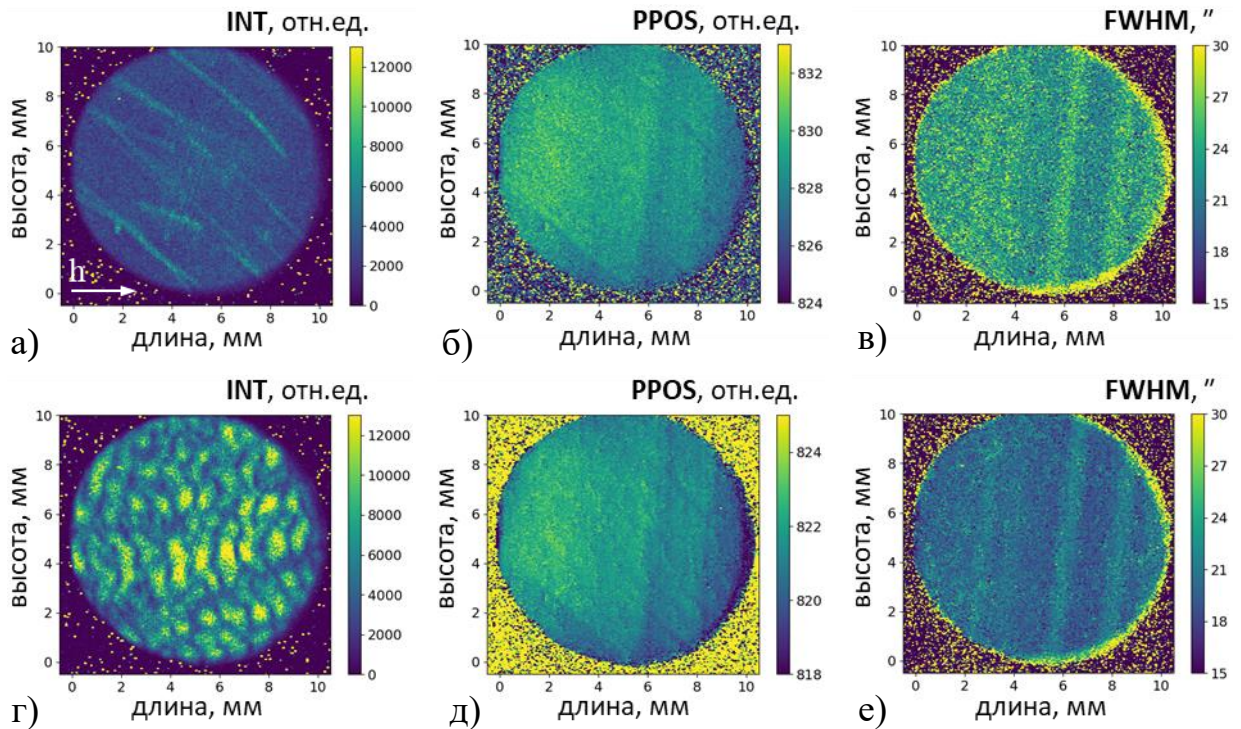


Рисунок 4.6. Карты основных параметров кривой качания, полученные для круглого образца в геометрии на прохождение, при отсутствии внешних воздействий (а – карта интегральной интенсивности, б – карта углового положения пика, в – карта полуширины) и при высокочастотном УЗ (г-е – аналогичные параметры).

Исходя из карты интегральной интенсивности для случая отсутствия внешних воздействий (рис. 4.6а), можно отметить наличие наклонных полос. Данные полосы являются царапинами на электродах, так как они не прослеживаются на картах других параметров, а также имеют неупорядоченное расположение и направление. На карте полуширины (рис. 4.6в) прослеживаются почти вертикальные полосы, соответствующие полосам роста. В случае воздействия высокочастотного УЗ на карте интегральной интенсивности (рис. 4.6г) прослеживается характерное ячеистое распределений деформаций (результат интерференции разных акустических мод), остальные карты остаются почти без изменения. Наблюдаются области с выраженным увеличением интенсивности дифрагированного излучения, что

в целом увеличивает отражающую способность всего кристалла. Интенсивность излучения от исследуемой области увеличилась в 2 раза. Таким образом, на данной карте виден результат эффекта рентгеноакустического перераспределения [55], заключающегося в увеличении интенсивности дифрагированного пучка за счет уменьшения коэффициента линейного поглощения.

Стоит отметить, что колебания поперечной моды не изменили вид карты полуширины (рис. 4.6в и 4.6е), за исключением того, что полуширина в среднем по кристаллу увеличилась с 20 до 24". Отсутствие стоячих волн на карте полуширины, полученной для кристалла кварца в геометрии на прохождение, может быть обусловлено малым значением возникающих деформаций вдоль вектора дифракции. Для случая геометрии на отражение наблюдается обратное: на карте полуширины, полученной для кристалла лангасита при колебаниях поперечной моды, стоячие волны присутствуют (рис. 3.9в).

#### **Выводы к главе 4**

Проведен комплексный анализ напряжений кристаллической решетки кристаллов кварца X-среза при ультразвуковом воздействии с помощью разработанной методики на основе метода визуализации кривой качания. Получены картины деформаций, возникающих при колебаниях продольной и поперечной моды. Отмечено, что при каждом типе колебаний в исследуемых образцах наблюдается интерференция разных акустических мод.

Для случая колебаний продольной моды определены области пучностей и узлов стоячих волн, рассчитана максимальная относительная деформация для разных атомных плоскостей. Отмечено наличие в исследуемом образце стоячих волн вдоль высоты кристалла и показано, что распределения ультразвуковых деформаций, полученные в геометрии на отражение и на прохождение, имеют схожий вид [A2]. Определено, что максимальная относительная деформация имеет разное значение для каждого набора

плоскостей. Это связано с разной глубиной экстинкции и ориентацией плоскостей. Максимальная относительная деформация по толщине образца составила  $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$  (амплитуда управляющего сигнала 45 В).

Для случая колебаний поперечной моды зарегистрировано увеличение интенсивности дифрагированного излучения за счет эффекта рентгеноакустического перераспределения. При этом деформации вдоль поверхности кристалла в геометрии на прохождение почти не прослеживаются. Исходя из разницы в распределении деформаций при продольных и поперечных колебаниях, можно предположить о потенциальном совмещении двух типов ультразвуковых колебаний в одном резонаторе. Проверке данной гипотезы посвящена следующая глава.

## **Глава V. Разработка и тестирование прототипа комбинированного адаптивного элемента рентгеновской оптики, основанного на совмещении двух типов ультразвуковых колебаний**

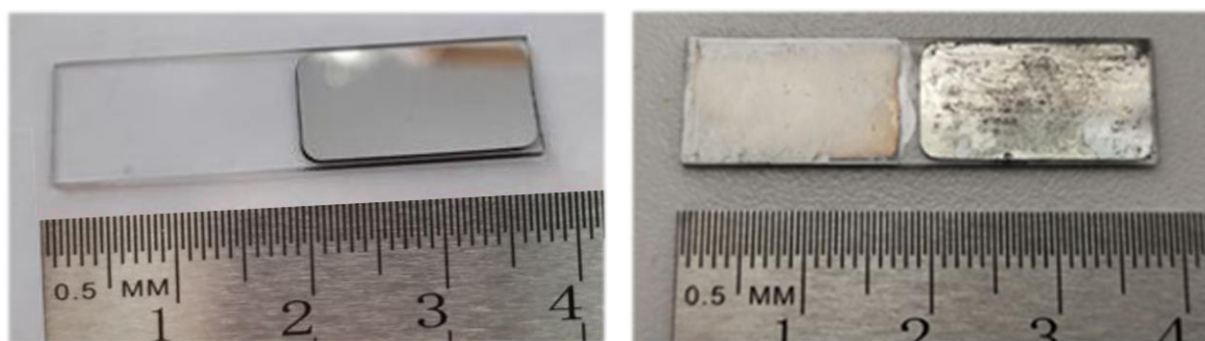
### **5.1 Комбинированный рентгенооптический элемент**

Для изготовления первого прототипа монолитного комбинированного элемента был выбран монокристалл кварца как наиболее изученный и распространенный кристалл-пьезоэлектрик. Также кварц хорошо зарекомендовал себя в качестве материала для изготовления адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО), основанных на стоячих ультразвуковых волнах. В АЭРО из кварца ранее исследовались особенности возбуждения ультразвуковых колебаний как низкочастотного диапазона (продольные колебания), так и высокочастотного (поперечные колебания). С помощью кварцевых резонаторов были успешно показаны возможности управления различными параметрами рентгеновского пучка: угловым положением [1, 30], спектральными характеристиками [3, 31] и интенсивностью [6, 57].

Упругие колебания, вызванные обратным пьезоэффектом, возникают в кристалле только при соблюдении ряда условий, одно из них относится к форме кристалла. Для эффективного возбуждения колебаний продольной моды кристалл должен иметь плоскопараллельные торцевые грани. Также желательно, чтобы в кристалле возникала чистая моды продольных колебаний. Исходя из данных требований подходящей формой является прямоугольная пластина. В свою очередь, для возбуждения колебаний поперечной или «толщинной» моды требуется плоскопараллельность лицевых граней. В проведенных ранее работах было показано, что наиболее подходящей формой для возбуждения такого типа колебаний является круглый диск. Однако в круглых пластинах физически не получается

возбудить продольную моду из-за отсутствия торцевых граней, также «толщинные» колебания мегагерцового диапазона по сравнению с продольными колебаниями килогерцового диапазона не так сильно чувствительны к форме резонатора. В связи с этим было решено изготовить комбинированные элементы прямоугольной формы.

С учетом указанных требований и особенностей для эксперимента был выбран резонатор из монокристалла кварца Х-среза, имеющий высокую степень плоскопараллельности торцевых и лицевых граней, прямоугольную форму, а также заводское напыление токопроводящего слоя. В эксперименте использовалась кварцевая пластина размером  $38.35 \times 10.5 \times 1.05$  мм<sup>3</sup>. На лицевые поверхности пластины была нанесена одна пара электродов методом магнетронного напыления (рис. 5.1, правая половина кристалла). Важными достоинствами подготовленного таким образом резонатора являются, в частности, устойчивость металлического напыления к механическим воздействиям и возможность легкой подпайки подводящих проводов, а также незначительное поглощение рентгеновского излучения тонким проводящим слоем.



*Рисунок 5.1. Фотография образца – кварцевого резонатора с электродами, нанесенными методом магнетронного напыления и с помощью токопроводящей пасты.*

Для возможности одновременной подачи двух сигналов на свободную часть кристалла была нанесена еще одна пара токопроводящих электродов с помощью специальной пасты (рис. 5.1 справа, левая половина кристалла). Данный способ нанесения позволяет относительно легко изменять форму электродов непосредственно в лабораторных условиях.

Таким образом, одна половина резонатора использовалась для подвода сигнала килогерцового диапазона, а другая для подвода сигнала мегагерцового диапазона. Схематичная конструкция такого элемента представлена на рис. 5.2.

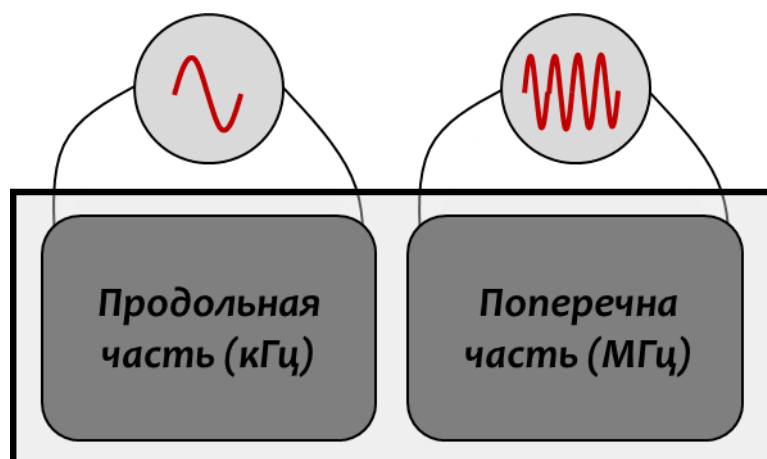


Рисунок 5.2. Схематичное изображение рентгенооптического элемента, в котором возбуждаются два типа колебаний.

Для более эффективного возбуждения колебаний в кристалле сигналы подавались к центрам каждой из половин резонатора (рис. 5.3а). Такая конфигурация электродов и токоподводящих контактов значительно ограничивает область, которую можно исследовать с помощью рентгеновского излучения. Поэтому часть измерений проводилась на аналогичном образце, но со второй парой электродов в виде круга, контакты к которым были выведены на торцевые поверхности (рис. 5.3б).

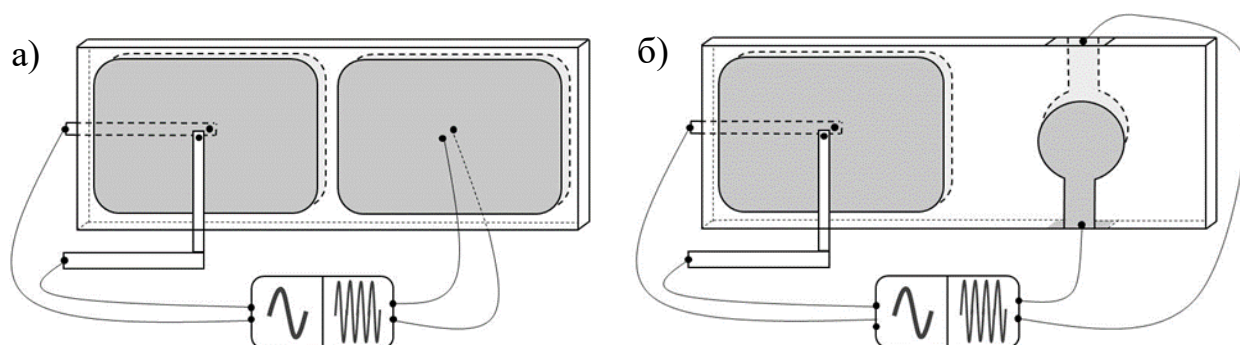


Рисунок 5.3. Схематичное изображение образца, электродов и токоподводящих контактов.

## 5.2 Методика проведения экспериментов

Исследование влияния одновременного воздействия продольных и «толщинных» ультразвуковых (УЗ) колебаний в кристалле кварца на параметры отраженного рентгеновского излучения проводилось с помощью метода прецизионной двухкристальной рентгеновской дифрактометрии. Рентгенооптическая схема с применением двухчастотного элемента в качестве образца представлена на рис. 5.4.

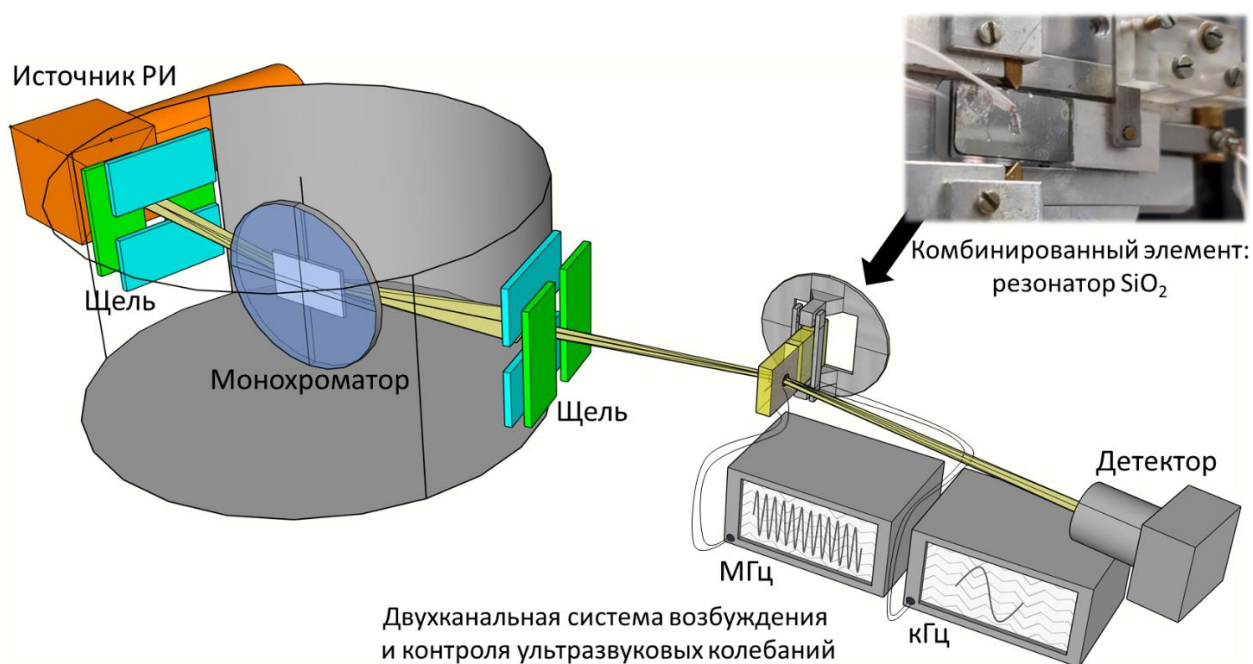


Рисунок 5.4. Рентгенооптическая схема на основе двухчастотного кварцевого резонатора продольных колебаний.

Лабораторный дифрактометр ТРС [149] был оснащен рентгеновской трубкой с молибденовым анодом, для измерений использовалось характеристическое излучение с энергией  $E(\text{MoK}_{\alpha 1}) = 17.479$  кэВ, длина волны  $0.709 \text{ \AA}$ . В качестве монокроматора выступал совершенный кристалл кремния  $\text{Si}(400)$ , после монокроматора размещалась щель  $0.15 \times 10 \text{ мм}^2$ . Измерения проводились с геометрии Лауэ (на прохождение), анализировались атомные плоскости (101).

Для проведения экспериментов с двухчастотным элементом использовалась двухканальная система возбуждения и контроля управляющих

сигналов, которая состояла из двухканального генератора сигналов и двухканального усилителя (позволяющих одновременно подавать два независимых переменных электрических сигнала на резонатор), а также осциллографа для контроля колебаний.

Управляемый электрическим полем двухчастотный кварцевый резонатор продольных колебаний крепился на автоматизированном гониометре с помощью специального кристаллодержателя, позволяющего одновременно подводить к нему два управляющих сигнала. Один сигнал подводился к половине образца через сам кристаллодержатель, а именно через его подводящие металлические контакты. Второй сигнал подводился к другой половине образца через подпаянные медные провода. Чтобы снизить воздействие температуры на кристаллическую структуру, подпайка осуществлялась при помощи специального низкотемпературного сплава. На вставке рис. 5.4 наглядно продемонстрирована одна из конфигураций подвода управляющих сигналов. При подаче сигнала резонансной частоты происходило возбуждение колебаний в образце.

Запись кривых качания, как при подаче электрических сигналов, так и без их воздействия, происходила при помощи механического поворота кристалла-образца гониометром. Интенсивность дифрагированного образцом излучения регистрировалась точечным сцинтилляционным детектором.

### **5.3 Экспериментальные результаты**

В данной главе изучались особенности дифракции рентгеновского излучения от кварцевого резонатора при условии возбуждения в нем продольных и «толщинных» УЗ колебаний, включая их одновременное возбуждение, а также рассматривалась возможность использования двухчастотного кварцевого резонатора продольных колебаний для управления сразу несколькими параметрами рентгеновского пучка.

В процессе экспериментов устанавливалось распределение полуширины и пиковой интенсивности кривой качания вдоль поверхности кристалла-

резонатора в области между контактами (рис. 5.5а). Измерения проводились при разных условиях внешних воздействий, при каждом воздействии использовался один и тот же набор точек. Изначально было получено распределение без какого-либо воздействия на кристалл (рис. 5.5б и в, черная кривая). Оно использовалось для сравнения с последующими сканированиями, а также для проверки качества образца. Среднее значение полуширины кривой качания вдоль поверхности кристалла составило примерно 12", отклонение от среднего не более 2", т.е. образец имеет достаточно однородную структуру.

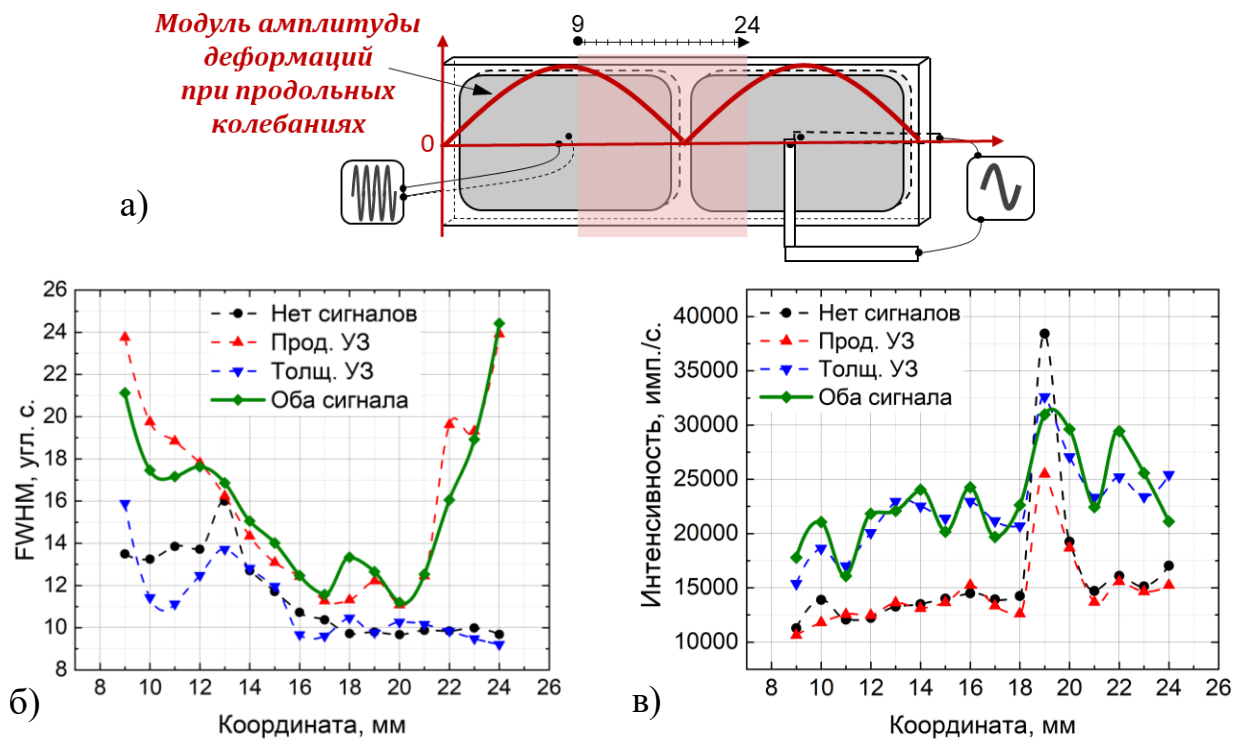


Рисунок 5.5. Исследуемая область между двумя парами электродов (а); Продольное распределение полуширины (б) и интенсивности пика (в) кривой качания вдоль поверхности образца при разных условиях внешних воздействий.

Далее были проведены два сканирования, в каждом из которых возбуждался единственный тип колебаний: сначала продольные колебания, параметры управляющего сигнала – 132.098 кГц и 15 В (красная кривая); затем «толщинные» колебания, параметры управляющего сигнала – 2.781 МГц и 15 В (синяя кривая). В заключении было проведено продольное сканирование,

при котором через различные пары контактов на резонатор одновременно подавались сигналы двух типов колебаний (зеленая кривая).

Исходя из данных о полуширине кривой качания (рис. 5.5б) видно, что при продольном УЗ в центре исследуемой области образуется узел стоячей волны ( $FWHM_{\text{Прод. УЗ}} \approx FWHM_{\text{Нет сигналов}}$ ), а «толщинный» УЗ почти не влияет на данный параметр кривой качания. В области максимальной деформаций от продольных колебаний полуширина увеличилась с 9.6" до 24", соответственно рентгеновский пучок при дифракции от данной области варьируется по углу в диапазоне  $\pm 7.2''$ . Распределение полуширины при возбуждении сразу двух типов колебаний 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 этом типе колебаний параметр решетки  $d$  колеблется по типу сжатие-растяжение вдоль направления вектора дифракции. Таким образом, совпадение вышеупомянутых распределений позволяет сделать вывод о том, что одновременное возбуждение продольных и «толщинных» колебаний не вызывает существенных изменений в наблюдаемом распределении деформаций в кристалле.

Полученные данные (рис. 5.5в) демонстрируют увеличение интенсивности дифрагированного пучка за счет эффекта рентгеноакустического перераспределения [54, 55]. Этот эффект прослеживается как при возбуждении только «толщинных» колебаний, так и при одновременном возбуждении сразу двух типов колебаний. В среднем интенсивность дифрагированного пучка увеличилась в 1.5 раза относительно результатов, полученных без УЗ воздействия. Увеличение интенсивности имеет периодический характер, что свидетельствует о наличии в кристалле разных акустических мод. Подобное распределение интенсивности наглядно прослеживается и на топографических результатах из предыдущей главы (рис. 4.6г). На рис. 5.5в точка с координатой 19 мм выбивается из общей картины,

так как она соответствует области между двумя парами электродов, где нет металлического напыления.

На рис. 5.6 отдельно приведены кривые качания в точке, где продольные колебания вызывают наибольшую деформацию решетки, т.е. в пучности стоячей волны. Сначала регистрировалась кривая качания без ультразвука. Затем при ультразвуковом воздействии только продольных колебаний ( $f_{\text{res}} = 132.10$  кГц, 45 В), только «толщинных» колебаний ( $f_{\text{res}} = 2.774$  МГц, 35 В) и одновременно двух типов колебаний. Причем в последнем случае для управляющего сигнала продольных колебаний напряжение составляло 45 В, а для сигнала «толщинных» колебаний пошагово менялось от 0 до 100 В. Результаты были получены на образце с круглыми электродами (рис. 5.3б), в котором наблюдался идентичный характер распределения УЗ деформаций, но немного меньшая эффективность колебаний.

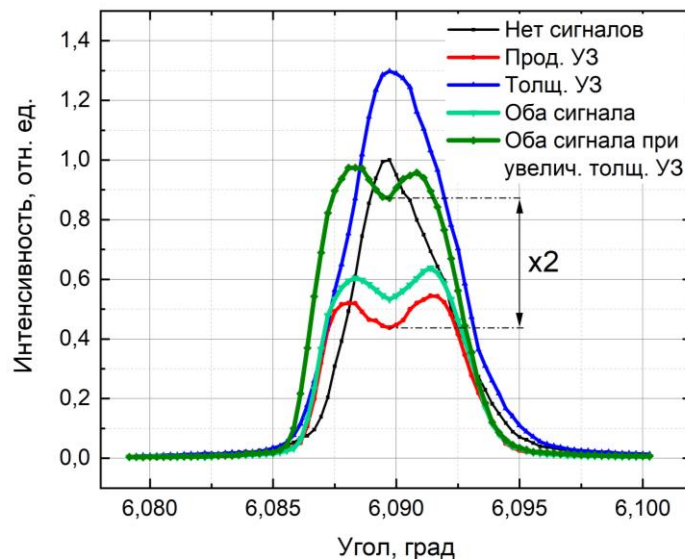


Рисунок 5.6. Кривые качания образца при разных условиях внешних воздействий.

При воздействии только продольных колебаний (рис. 5.6, 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  $\theta_{\text{Бр}}$  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 воздействии только «толщинных» колебаний (синяя кривая) происходит увеличение интенсивности рентгеновского излучения.

При одновременном воздействии двух мод колебаний результаты демонстрируют двукратное увеличение интенсивности кривой качания при максимально достигнутом напряжении управляющего сигнала поперечных колебаний (зеленая кривая). Одновременно с этим форма кривой качания практически не изменяется, т.е. в кристалле остается неизменным гармонический характер колебаний параметра решетки в соответствии с подаваемыми на образец колебаниями продольной моды. Слабое влияния данных 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.

### **Выводы к главе 5**

Создан первый прототип двухчастотного монолитного адаптивного элемента рентгеновской оптики (АЭРО), основанный на ультразвуковых колебаниях разных мод. На его основе показана принципиальная возможность одновременного возбуждения двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний – продольной и поперечной моды – в одном АЭРО с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого из типов колебаний [А3]. Достигнутые результаты первого прототипа двухчастотного монолитного АЭРО: регулирование интегральной интенсивности с возможностью увеличения до двух раз, варьирование углового положения в диапазоне  $\pm 7.2''$ . Таким образом, комбинированный

АЭРО позволяет управлять одновременно сразу несколькими ключевыми параметрами дифрагированного рентгеновского пучка.

## **Заключение**

В данной работе приведен обзор применения пьезоэлектрических кристаллов в качестве адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО) на основе упругих колебаний. Такие элементы позволяют непрерывно варьировать параметры рентгеновского пучка за счет контролируемого изменения параметра решетки при ультразвуковом воздействии. Указаны преимущества соответствующих АЭРО по сравнению с традиционно используемыми способами управления рентгеновским пучком. Отмечено, что для повышения эффективности использования АЭРО требуется детальное исследование особенностей, возникающих в кристалле при упругих колебаниях. В частности, необходимо иметь возможность устанавливать пространственное распределение напряжений при ультразвуковом воздействии с целью локализации областей с однородной деформацией.

Отмечено, что определение основных функциональных характеристик АЭРО проводится преимущественно с помощью рентгеновского излучения. Соответственно, приведен обзор основных рентгенодифракционных методов, указаны их текущие возможности и недостатки, описаны времяразрешающие подходы. Приведены сведения об относительно новом методе – методе визуализации кривой качания. Он объединяет в себе уникальные возможности двухкристальной дифрактометрии и топографии, что позволяет получать обширную информацию о совершенстве кристаллической структуры образца. Отмечено, что ввиду своих существенных преимуществ, возможности данного метода могут быть расширены на объекты, находящиеся в условиях внешних воздействий, например, ультразвука.

Разработана и реализована методика исследования деформационного поведения кристаллов в условиях ультразвукового воздействия на основе

метода визуализации кривой качания. С ее помощью проведен анализ напряжений кристаллической решетки кристаллов лангасита (ЛГС) и кварца при разных видах ультразвуковой нагрузки. Получены распределения неоднородностей кристаллической решетки с пространственным разрешением  $\sim 110$  мкм при измерениях в геометрии на отражение и  $\sim 60$  мкм в геометрии на прохождение. Установлено пространственное распределение дефектов и деформаций, локализованы области узлов и пучностей стоячих волн, а также проведена количественная оценка деформаций. Планируется дальнейшее развитие представленной методики за счет использования АЭРО, что может значительно ускорить проведение исследований.

С помощью разработанной методики показано, что при воздействии низкочастотного ультразвука, соответствующего возбуждению колебаний продольной моды, в исследуемых кристаллах ЛГС и кварца, помимо стоячей волны основной гармоника, присутствуют «паразитные» моды. При увеличении частоты колебаний влияние данных мод резко увеличивается, что приводит к разупорядоченности картины деформаций. Так, для случая высокочастотного ультразвука, соответствующего возбуждению колебаний поперечной моды, определено, что деформации имеют достаточно сложный ячеистый характер локальных максимумов и минимумов по всей поверхности кристалла. Также показано, что при поперечных колебаниях происходит увеличение интенсивности дифрагированного излучения за счет эффекта рентгеноакустического перераспределения.

Определено значение максимальной относительной деформации при колебаниях продольной моды: для кристалла ЛГС  $\Delta d/d_0 \approx 1.27 \times 10^{-4}$  (амплитуда управляющего сигнала 13.3 В), для кристалла кварца  $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$  (амплитуда управляющего сигнала 45 В). Исходя из полученных результатов отмечено, что кристаллы ЛГС не уступают по своим пьезоэлектрическим качествам традиционно используемым кристаллам кварца и являются перспективным материалом для создания АЭРО на основе упругих колебаний.

Показано, что распределение деформаций при колебаниях продольной моды (характерные резонансные частоты сотни кГц) существенно отличается от распределения при колебаниях поперечной моды (единицы МГц). Это потенциально может означать незначительность взаимного влияния двух мод друг на друга при одновременном воздействии в одной среде. Исходя из данного предположения был создан первый прототип двухчастотного монолитного АЭРО, основанный на ультразвуковых колебаниях разных мод. На его основе реализована концепция одновременного возбуждения двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний в одном пьезоэлектрическом кристалле. При этом показана возможность использования возникающих деформаций для управления сразу несколькими параметрами рентгеновского пучка.

Прототип двухчастотного монолитного АЭРО объединяет в себе достоинства элементов, основанных как на продольных, так и на поперечных колебаниях. При этом поперечные колебания позволяют регулировать интенсивность дифрагированного излучения, а продольные колебания позволяют контролируемо управлять угловым положением дифрагированного пучка. Первый прототип комбинированного АЭРО дает возможность одновременного увеличения интегральной интенсивности до двух раз и варьирования углового положения в диапазоне  $\pm 7.2^\circ$ . В дальнейшем планируется создание двухчастотного АЭРО на основе кристалла ЛГС. Также планируется исследование комбинированных АЭРО с помощью разработанной методики на основе метода визуализации кривой качания.

## **Выводы**

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<sup>2</sup>, 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 ( $\text{SiO}_2$ ) 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  $U = 13.3$  В, для кристалла кварца  $\Delta d/d_0 \approx 1.20 \times 10^{-4}$  при  $U = 45$  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. На его основе показана принципиальная возможность одновременного возбуждения двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний – продольной и поперечной моды – в одном комбинированном АЭРО 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  $\pm 7.2''$ .

## Список литературы

- 
- [1] Ковальчук, М. В. 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] Благов, А. Е. 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. 561-561.
  - [3] Благов, А. Е. 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] Eliovich, Y. A. 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] Eliovich, I. A. 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] Mkrtchyan, A. R. Distribution of Deformations in the Oscillating X-Ray Acoustic Element Based on the X-Cut Quartz Crystal / A. R. Mkrtchyan, A. E. Blagov, V. R. Kocharyan [et al.] // Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences). – 2019. – Vol. 54. – № 2. – P. 210-218.
  - [7] Lübbert, D.  $\mu$ m-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] Байдерин, В. А. Рассказы о камне / В. А. Байдерин. – Алма-Ата: Казгослитиздат, 1962. – 77 с.
  - [9] Матюхин, А. Е. Об элементарных способах раскалывания камня в палеолите / А. Е. Матюхин // Археологические вести. – 2003. – № 10. – С. 13-25.
  - [10] Pargeter, J. Understanding stone tool-making skill acquisition: Experimental methods and evolutionary implications / J. Pargeter, N. Khreisheh, D. Stout // Journal of Human Evolution. – 2019. – Vol. 133. – P. 146-166.
  - [11] Besterman, T. Crystal-gazing: A study in the history, distribution, theory and practice of scrying / T. Besterman. – London: W. Rider, 1924. – 183 p.
  - [12] Гадаскина, И. Д. Яды – вчера и сегодня: очерки по истории ядов / И. Д. Гадаскина, Н. А. Толконцев. – Ленинград: Наука, 1988. – 204 с.
  - [13] Стенон, Н. О твердом, естественно содержащемся в твердом / Н. Стенон; пер. Г. А. Стратановского; ред., ст. и примеч. В. В. Белоусова и И. И. Шафрановского. – Москва: Изд-во Акад. наук СССР, 1957. – 152 с.

- 
- [14] Bartolin, E. Experimenta cristalli Islandici disdiaclastici, quibus mira et insolita refractio detegitur / E. Bartolin. – Haefniae: D. Paulii, 1669. – 61 p.
- [15] Эпинус, Ф.У.Т. Теория электричества и магнетизма / ред. и примеч. проф. Я. Г. Дорфмана. – Москва: Изд-во Акад. Наук СССР, 1951. – 564 с.
- [16] Митчерлих Эйльхард; Энциклопедический словарь Брокгауза и Ефрона: в 86 т. (82 т. и 4 доп.) – СПб.: Брокгауз-Ефрон, 1890-1907.
- [17] Шафрановский, И. И. История кристаллографии, XIX в. / И. И. Шафрановский. – Ленинград: Наука, 1980. – 324 с.
- [18] Егоров-Тисменко, Ю. К. Кристаллография и кристаллохимия: учебник / Ю. К. Егоров-Тисменко; ред. акад. В. С. Урусова. – М.: КДУ, 2005. – 592 с.
- [19] Curie, P. Oeuvres / P. Curie. – Paris: Gauthier, 1908. – 622 p.
- [20] Шубников, А. В. У истоков кристаллографии / А. В. Шубников. – Москва: Наука, 1972. – 51 с.
- [21] Рентген, В. К. О новом роде лучей / В. К. Рентген; пер. с нем., ред. и примеч. А. Ф. Иоффе. – Москва: Гос. техн.-теорет. изд-во, 1933. – 115 с.
- [22] Friedrich, W. Interferenzerscheinungen bei roentgenstrahlen / W. Friedrich, P. Knipping, M. Laue // Annalen der Physik. – 1913. – Vol. 346. – № 10. – P. 971-988.
- [23] Vadilonga, S. Piezo-modulated active grating for selecting X-ray pulses separated by one nanosecond / S. Vadilonga, I. Zizak, D. Roshchupkin [et al.] // Optics Express. – 2021. – Vol. 29. – № 22. – P. 34962-34976.
- [24] Gogolev, A. Acoustic "pumping effect" for quartz monochromators / A. Gogolev, S. Stuchebrov, A. Wagner [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. – 2012. – Vol. 357. – № 1. – P. 012031.
- [25] Мкртчян, А. Р. Высокоразрешающий рентгеновский дифрактометр на базе акустического монохроматора / А. Р. Мкртчян, А. Г. Мкртчян, В. Р. Кочарян [и др.] // Известия НАН Армении, Физика. – 2013. – Т. 48. – № 3. – С. 212-215.
- [26] Мэзон, У. П. Пьезоэлектрические кристаллы и их применение в ультразвуке / У. П. Мэзон; пер. с англ. и ред. А. В. Шубникова и С. Н. Ржевкина. – Москва: Изд-во иностр. лит., 1952. – 448 с.
- [27] Благов, А. Е. Исследование возможностей управления рентгеновским пучком с помощью кристалла, подвергнутого длинноволновым ультразвуковым колебаниям / А. Е. Благов, М. В. Ковальчук, В. Г. Кон [и др.] // ЖЭТФ. – 2005. – Т. 128. – № 5. – С. 893-903.
- [28] Благов, А. Е. Динамическое изменение параметра решетки кристалла с помощью ультразвука в рентгенодифракционных экспериментах / А. Е. Благов, М. В. Ковальчук, В. Г. Кон, Ю. В. Писаревский // Кристаллография. – 2006. – Т. 51. – № 5. – С. 779-784.
- [29] Mason, W. P. Electrical Wave Filters Employing Quartz Crystals as Elements / W. P. Mason // Bell Sys. Tech. Jour. – 1934. – Vol. 13. – № 3. – P. 405-452.
- [30] Благов, А. Е. Измерение кривых дифракционного отражения кристаллов с помощью акустически перестраиваемого монохроматора / А. Е. Благов,

- П. А. Просеков, А. В. Таргонский, Я. А. Элиович // Кристаллография. – 2015. – Т. 60. – № 2. – С. 189-193.
- [31] Благов, А. Е. Быстрая ультразвуковая перестройка длины волны в рентгеновском эксперименте / А. Е. Благов, Ю. В. Писаревский, М. В. Ковальчук // Кристаллография. – 2016. – Т. 61. – № 2. – С. 191-194.
- [32] Wang, Q. M. Constitutive equations of symmetrical triple layer piezoelectric benders / Q. M. Wang, L. E. Cross // IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control. – 1999. – Vol. 46. – № 6. – P. 1343-1351.
- [33] Патент № 2492283 РФ, Способ формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов / М. Д. Малинкович, В. В. Антипов, А. С. Быков. – опубл. 10.09.2013.
- [34] Smits, J. G. Dynamic admittance matrix of piezoelectric cantilever bimorphs / J. G. Smits, A. Ballato // Journal of Microelectromechanical systems. – 1994. – Vol. 3. – № 3. – P. 105-112.
- [35] Bykov A. S. Formation of bidomain structure in lithium niobate plates by the stationary external heating method / A. S. Bykov, S. G. Grigoryan, R. N. Zhukov [et al.] // Russian Microelectronics. – 2014. – Vol. 43. – № 8. – P. 536-542.
- [36] Благов, А. Е. Электромеханический рентгенооптический элемент на основе безгистерезисного монокристаллического биморфа / А. Е. Благов, А. С. Быков, И. В. Кубасов [и др.] // Приборы и техника эксперимента. – 2016. – № 5. – С. 109-114.
- [37] Blagov, A. E. Bimorph actuator: a new instrument for time-resolved X-ray diffraction and spectroscopy / A. E. Blagov, A. G. Kulikov, N. V. Marchenkov [et al.] // Experimental Techniques. – 2017. – Vol. 41. – № 5. – P. 517-523.
- [38] Kulikov, A. LiNbO<sub>3</sub>-based bimorph piezoactuator for fast X-ray experiments: Static and quasistatic modes / A. Kulikov, A. Blagov, N. Marchenkov [et al.] // Sensors and Actuators A: Physical. – 2019. – Vol. 291. – P. 68-74.
- [39] Проценко, А. И. Реализация метода QEXAFS с использованием адаптивных элементов рентгеновской оптики / А. И. Проценко, Я. А. Элиович, А. Е. Благов [и др.] // УФН. – 2021. – Т. 191. – № 1. – С. 88-92.
- [40] Проценко, А. И. Исследование динамики реакции Белоусова-Жаботинского методом времяразрешающей рентгеновской спектроскопии поглощения с использованием адаптивных элементов рентгеновской оптики / А. И. Проценко, Я. А. Элиович, А. Е. Благов [и др.] // УФН. – 2023. – Т. 193. – № 12. – С. 1335-1339.
- [41] Eliovich, Y. A. Study of the linear distribution of absorption spectra at the Ta L3 edge in LiNb<sub>(1-x)</sub>Ta<sub>x</sub>O<sub>3</sub> crystals using X-ray beam spectral-spatial modulation using adaptive X-ray optical elements / Y. A. Eliovich, A. I. Protsenko, V. A. Korzhov [et al.] // Modern Electronic Materials. – 2025. – Vol. 11. – № 3. – P. 175-180.
- [42] Eliovich, I. A. Double-crystal monochromator with adaptive X-ray optical elements for synchrotron studies of materials with temporal resolution / I. A. Eliovich, V. A. Korzhov, A. I. Protsenko [et al.] // Measurement. – 2025. – Vol. 260. – P. 119857.

- 
- [43] Protsenko, A. I. Fast X-ray shutter based on double-crystal adaptive X-ray optics monochromator / A. I. Protsenko, V. A. Korzhov, I. I. Petrov [et al.] // *Modern Electronic Materials*. – 2025. – Vol. 11. – № 4. – P. 237-242.
- [44] Мирзоян, В. К. Пространственная модуляция дифрагированного рентгеновского пучка объемными акустическими волнами / В. К. Мирзоян, А. А. Егиазарян, Э. Г. Багдасарян, П. В. Мирзоян // *Изв. АН Арм. ССР. Физика*. – 2007. – Т. 42. – № 6. – С. 355-362.
- [45] Slavov, S. X-ray diffraction topography analysis of TS-TT vibrations in contoured AT-cut quartz resonators / S. Slavov // *Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium*. – IEEE, 1998. – P. 836-843.
- [46] Глюкман, Л. И. Пьезоэлектрические кварцевые резонаторы / Л. И. Глюкман. – Л.: Энергия, 1969. – 260 с.
- [47] White, J. E. X-Ray Diffraction by Elastically Deformed Crystals / J. E. White // *Journal of Applied Physics*. – 1950. – Vol. 21. – № 9. – P. 855-859.
- [48] Spencer, W. J. The Study of Quartz Resonators by X-Ray Diffraction Topography / W. J. Spencer, K. Haruta // *Proceedings of the 19th Annual Symposium on Frequency Control*. – IEEE, 1965. – P. 22.
- [49] Kato, N. Pendellösung Fringes in Distorted Crystals III. Application to homogeneously bent crystals / N. Kato // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1964. – Vol. 19. – № 6. – P. 971-985.
- [50] Haruta, K. Intensity of X Rays Diffracted from an Elastically Vibrating Single-Crystal Plate / K. Haruta // *Journal of Applied Physics*. – 1967. – Vol. 38. – № 8. – P. 3312-3316.
- [51] Гоголев, А. С. Рассеяние рентгеновского излучения в деформированных кристаллах / А. С. Гоголев, Ю. А. Попов, А. Р. Вагнер [и др.] // *Известия высших учебных заведений. Физика*. – 2010. – Т. 53. – № 11. – С. 33-38.
- [52] Takagi, S. Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion / S. Takagi // *Acta Cryst.* – 1962. – Vol. 15. – № 12. – P. 1311-1312.
- [53] Takagi, S. A dynamical theory of diffraction for a distorted crystal / S. Takagi // *J. Phys. Soc. Jpn.* – 1969. – Vol. 26. – № 5. – P. 1239-1253.
- [54] Мкртчян, А. Р. Полная переброска рентгеновского излучения, дифрагированного монокристаллом от направления прохождения в направление отражения под действием температурного градиента / А. Р. Мкртчян, М. А. Навасардян, В. К. Мирзоян // *Письма в ЖТФ*. – 1982. – Т. 8. – № 11. – С. 677-680.
- [55] Мкртчян, А. Р. 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.
- [56] Blagov, A. E. Study of the Peculiarities of the Effect of Redistributing Intensity in the Excitation of Acoustic Waves in X-Cut Quartz Crystals by Using Synchrotron Radiation / A. E. Blagov, V. R. Kocharyan, A. E. Movsisyan [et al.] // *Journal of*

- 
- Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences). – 2020. – Vol. 55. – № 4. – P. 376-382.
- [57] Mkrtchyan, A. R. Controlled focusing of the Å wavelength radiation in case of the ultrasound modulation or temperature gradient / A. R. Mkrtchyan, M. A. Navasardian, R. G. Gabrielyan [et al.] // Solid State Communications. – 1986. – Vol. 59. – № 3. – P. 147-149.
- [58] Мкртчян, А. Р. Фокусировка и дефокусировка рентгеновского излучения под действием температурного градиента и ультразвуковых колебаний / А. Р. Мкртчян, Р. Г. Габриелян, А. А. Асланян [и др.] // Изв. АН Арм. ССР. Физика. – 1986. – Т. 21. – № 6. – С. 297-305.
- [59] Вайнштейн, Б. К. Современная кристаллография. Том 1 / Б. К. Вайнштейн. – Москва: Наука, 1979. – 384 с.
- [60] Асланов, Л. А. Инструментальные методы рентгеноструктурного анализа / Л. А. Асланов. – Москва: Изд-во МГУ, 1983. – 288 с.
- [61] Зубавичус, Я. В. Рентгеновское синхротронное излучение в физико-химических исследованиях / Я. В. Зубавичус, Ю. Л. Словохотов // Успехи химии. – 2001. – Т. 70. – № 5. – С. 429-463.
- [62] Боуэн, Д. К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография / Д. К. Боуэн, Б. К. Таннер. – СПб.: Наука, 2002. – 274 с.
- [63] Лидер, В. В. Методы рентгеновской дифракционной топографии (Обзор) / В. В. Лидер // Физика твердого тела. – 2021. – Т. 63. – № 2. – С. 165-190.
- [64] Lübbert, D. Distribution and Burgers vectors of dislocations in semiconductor wafers investigated by rocking-curve imaging / D. Lübbert, C. Ferrari, P. Mikulík [et al.] // Applied Crystallography. – 2005. – Vol. 38. – № 1. – P. 91-96.
- [65] Buffiere, J. Y. Hard X-ray synchrotron imaging techniques and applications / J. Y. Buffiere, J. Baruchel // Synchrotron Radiation: Basics, Methods and Applications. – Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014. – P. 389-408.
- [66] Rack, A. Synchrotron radiation based imaging methods for industrial applications at the german synchrotron ANKA / A. Rack, L. Helfen, T. Weitkam [et al.] // Proceedings of the International Symposium on Digital Industrial Radiology and Computed Tomography (DIR2007). – INSA, 69-Villeurbanne (France), 2007.
- [67] Mikulík, P. Advanced x-ray diffraction imaging techniques for semiconductor wafer characterization / P. Mikulík, T. Baumbach, D. Korytár [et al.] // Materials Structure. – 2002. – Vol. 9. – № 2. – P. 87.
- [68] Lübbert, D. Microdiffraction imaging of dislocation densities in microstructured samples / D. Lübbert, T. Baumbach, V. Holý [et al.] // Europhysics Letters. – 2008. – Vol. 82. – № 5. – P. 56002.
- [69] Kaloyan, A. A. Methods of angular scanning in X-ray imaging and topography / A. A. Kaloyan, E. S. Kovalenko, K. M. Podurets // Physics Procedia. – 2016. – Vol. 84. – P. 355-359.
- [70] Tsoutsouva, M. G. Characterization of defects in mono-like silicon for photovoltaic applications using X-ray Bragg diffraction imaging /

- 
- M. G. Tsoutsouva, V. A. Oliveira, J. Baruchel [et al.] // *Applied Crystallography*. – 2015. – Vol. 48. – № 3. – P. 645-654.
- [71] Macrander, A. Quartz conditioning crystal for X-ray rocking curve topography / A. Macrander, N. Pereira, C. Stoeckl [et al.] // *Applied Crystallography*. – 2019. – Vol. 52. – № 1. – P. 115-121.
- [72] Halavanau, A. Rocking Curve Imaging Experiment at SSRL 10-2 Beamline / A. Halavanau, J. MacArthur, R. Margraf [et al.] // *Proc. IPAC'21*. – 2021. – P. 357-360.
- [73] Kim, J. Lattice-plane orientation mapping of homo-epitaxial GaN (0001) thin films via grazing-incidence X-ray diffraction topography in 2-in. wafer / J. Kim, O. Seo, C. Song // *Applied Physics Express*. – 2018. – Vol. 11. – P. 081002.
- [74] Tran Thi, T. N. Synchrotron Bragg diffraction imaging characterization of synthetic diamond crystals for optical and electronic power device applications / T. N. Tran Thi, J. Morse, D. Caliste [et al.] // *Applied Crystallography*. – 2017. – Vol. 50. – № 2. – P. 561-569.
- [75] Philip, A. Three-dimensional rocking curve imaging to measure the effective distortion in the neighbourhood of a defect within a crystal: an ice example / A. Philip, J. Meyssonier, R. T. Kluender, J. Baruchel // *Applied Crystallography*. – 2013. – Vol. 46. – № 4. – P. 842-848.
- [76] Jafari A. Rocking curve imaging of high quality sapphire crystals in backscattering geometry / A. Jafari, I. Sergueev, D. Bessas [et al.] // *Journal of applied physics*. – 2017. – Vol. 121. – № 4.
- [77] Yang, G. Rocking curve imaging for diamond radiator crystal selection / G. Yang, R. Jones, F. Klein [et al.] // *Diamond and related materials*. – 2010. – Vol. 19. – № 7-9. – P. 719-722.
- [78] Lübbert, D. Local wing tilt analysis of laterally overgrown GaN by x-ray rocking curve imaging / D. Lübbert, T. Baumbach, P. Mikulík [et al.] // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2005. – Vol. 38. – № 10A. – P. A50.
- [79] Kaloyan, A. A. X-Ray Topography Characterization of the Bridgman-Grown Crystals of Zinc Germanium Phosphide / A. A. Kaloyan, K. M. Podurets, I. A. Prokhorov [et al.] // *Crystal Research and Technology*. – 2018. – Vol. 53. – № 11. – P. 1800154.
- [80] Akkuratov, V. I. Investigation of the Spatial Distribution of Excess Arsenic in an LT-GaAs Layer by Rocking Curve Imaging / V. I. Akkuratov, S. A. Nomoev // *Crystallography Reports*. – 2025. – Vol. 70. – № 7. – P. 1065-1069.
- [81] Калоян, А. А. Исследование кристаллического устройства для отклонения протонного пучка высокой энергии с помощью дифракции синхротронного излучения / А. А. Калоян, С. А. Тихомиров, К. М. Подурец [и др.] // *Кристаллография*. – 2017. – Т. 62. – № 3. – С. 370-373.
- [82] Wen, H. Time-resolved X-ray microscopy for materials science / H. Wen, M. J. Cherukara, M. V. Holt // *Annual Review of Materials Research*. – 2019. – Vol. 49. – № 1. – P. 389-415.
- [83] Лидер, В. В. Метод накачки и рентгеновского зондирования / В. В. Лидер // *Физика твердого тела*. – 2025. – Т. 195. – № 9. – С. 962-981.

- 
- [84] DeCamp, M. F. X-ray synchrotron studies of ultrafast crystalline dynamics / M. F. DeCamp, D. A. Reis, D. M. Fritz [et al.] // *Synchrotron Radiation*. – 2005. – Vol. 12. – № 2. – P. 177-192.
- [85] Silly, M. G. Pump–probe experiments at the TEMPO beamline using the low- $\alpha$  operation mode of Synchrotron SOLEIL / M. G. Silly, T. Ferté, M. A. Tordeux [et al.] // *Synchrotron Radiation*. – 2017. – Vol. 24. – № 4. – P. 886-897.
- [86] Navirian, H. A. Shortening x-ray pulses for pump-probe experiments at synchrotrons / H. A. Navirian, M. Herzog, J. Goldshteyn [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2011. – Vol. 109. – № 12.
- [87] Lorenc, M. Successive dynamical steps of photoinduced switching of a molecular Fe (III) spin-crossover material by time-resolved X-ray diffraction / M. Lorenc, J. Hébert, N. Moisan [et al.] // *Physical review letters*. – 2009. – Vol. 103. – № 2. – P. 028301.
- [88] Graber, T. BioCARS: a synchrotron resource for time-resolved X-ray science / T. Graber, S. Anderson, H. Brewer [et al.] // *Synchrotron Radiation*. – 2011. – Vol. 18. – № 4. – P. 658-670.
- [89] Cammarata, M. Chopper system for time resolved experiments with synchrotron radiation / M. Cammarata, L. Eybert, F. Ewald [et al.] // *Review of scientific instruments*. – 2009. – Vol. 80. – № 1.
- [90] Фетисов, Г. В. Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ / ред. Л. А. Асланова. – М.: Физматлит, 2007. – 672 с.
- [91] Bachiller-Perea, D. First pump–probe–probe hard X-ray diffraction experiments with a 2D hybrid pixel detector developed at the SOLEIL synchrotron / D. Bachiller-Perea, Y. M. Abiven, J. Bisou [et al.] // *Synchrotron Radiation*. – 2020. – Vol. 27. – № 2. – P. 340-350.
- [92] Mariette, C. Strain wave pathway to semiconductor-to-metal transition revealed by time-resolved X-ray powder diffraction / C. Mariette, M. Lorenc, H. Cailleau [et al.] // *Nature communications*. – 2021. – Vol. 12. – № 1. – P. 1239.
- [93] Hervé, M. Ultrafast and persistent photoinduced phase transition at room temperature monitored by streaming powder diffraction / M. Hervé, G. Privault, E. Trzop [et al.] // *Nature Communications*. – 2024. – Vol. 15. – № 1. – P. 267.
- [94] Guzelturk, B. Sub-Nanosecond Reconfiguration of Ferroelectric Domains in Bismuth Ferrite / B. Guzelturk, T. Yang, Y. Liu [et al.] // *Advanced Materials*. – 2023. – Vol. 35. – № 44. – P. 2306029.
- [95] Laulhé, C. Impact of laser on bismuth thin-films: A 10 ps time-resolved study at the CRISTAL diffraction beamline (SOLEIL synchrotron) / C. Laulhé, M. Cammarata, M. Servol [et al.] // *The European Physical Journal Special Topics*. – 2013. – Vol. 222. – № 5. – P. 1277-1285.
- [96] Sokolowski-Tinten, K. Femtosecond X-ray measurement of coherent lattice vibrations near the Lindemann stability limit / K. Sokolowski-Tinten, C. Blome, J. Blums [et al.] // *Nature*. – 2003. – Vol. 422. – № 6929. – P. 287-289.
- [97] Jacquemain, V. Investigation of the mechanical work during ultrasonic fatigue loading using pulsed time-resolved X-ray diffraction / V. Jacquemain, C. Cheuleu, N. Ranc [et al.] // *Synchrotron Radiation*. – 2024. – Vol. 31. – № 1. – P. 17-27.

- 
- [98] Persson, A. I. H. Real-time observation of coherent acoustic phonons generated by an acoustically mismatched optoacoustic transducer using x-ray diffraction / A. I. H. Persson, H. Enquist, A. Jurgilaitis [et al.] // Journal of Applied Physics. – 2015. – Vol. 118. – № 18.
- [99] Korchuganov, V. The status-2004 of the Kurchatov center of SR / V. Korchuganov, M. Blokhov, M. Kovalchuk [et al.] // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2005. – Vol. 543. – № 1. – P. 14-18.
- [100] Potemkin, F. V. Hybrid x-ray laser-plasma/laser-synchrotron facility for pump-probe studies of the extreme state of matter at NRC “Kurchatov Institute” / F. V. Potemkin, E. I. Mareev, A. A. Garmatina [et al.] // Review of Scientific Instruments. – 2021. – Vol. 92. – № 5. – P. 053101.
- [101] Ковальчук, М. В. Субнаносекундная рентгенодифракционная методика изучения лазерно-индуцированных поляризационно-зависимых процессов на КИСИ-Курчатов / М. В. Ковальчук, Е. И. Мареев, А. Г. Куликов [и др.] // Кристаллография. – 2024. – Т. 69. – № 2. – С. 221-229.
- [102] Lorut, F. Devices for low frequency stroboscopic x-ray diffraction imaging / F. Lorut, E. Pernot, P. Pernot-Rejmankova, J. Baruchel // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2003. – Vol. 36. – № 10A. – P. A69.
- [103] Miltat, J. Interaction of moving {110} 90 walls in Fe-Si single crystals with lattice imperfections / J. Miltat, M. Kleman // Journal of Applied Physics. – 1979. – Vol. 50. – № B11. – P. 7695-7697.
- [104] Harrison, R. J. Application of real-time, stroboscopic x-ray diffraction with dynamical mechanical analysis to characterize the motion of ferroelastic domain walls / R. J. Harrison, S. A. Redfern, A. Buckley, E. K. Salje // Journal of Applied Physics. – 2004. – Vol. 95. – № 4. – P. 1706-1717.
- [105] Matsubara, M. Dynamic observation of a damping material using micro X-ray computed tomography coupled with a phase-locked loop / M. Matsubara, T. Komatsu, R. Takara [et al.] // Polymer Testing. – 2023. – Vol. 117. – P. 107810.
- [106] Ors, T. Microsecond time-resolved X-ray diffraction for the investigation of fatigue behavior during ultrasonic fatigue loading / T. Ors, N. Ranc, M. Pelerin [et al.] // Synchrotron Radiation. – 2019. – Vol. 26. – № 5. – P. 1660-1670.
- [107] Tanner, B. K. Real-time and stroboscopic topography / B. K. Tanner, J. K. Cringean // Progress in crystal growth and characterization. – 1987. – Vol. 14. – P. 403-424.
- [108] Whatmore, R. W. Direct imaging of travelling Rayleigh waves by stroboscopic X-ray topography / R. W. Whatmore, P. A. Goddard, B. K. Tanner, G. F. Clark // Nature. – 1982. – Vol. 299. – № 5878. – P. 44-46.
- [109] Sauer, W. X-ray imaging and diffraction from surface phonons on GaAs / W. Sauer, M. Streibl, T. H. Metzger [et al.] // Applied physics letters. – 1999. – Vol. 75. – № 12. – P. 1709-1711.
- [110] Zolotoyabko, E. X-ray imaging of acoustic wave interaction with dislocations / E. Zolotoyabko, D. Shilo, E. Lakin // Materials Science and Engineering: A. – 2001. – Vol. 309. – P. 23-27.

- 
- [111] Рощупкин, Д. В. Стробоскопическая рентгеновская топография бегущих поверхностных акустических волн в кристалле Si(111) / Д. В. Рощупкин, Д. В. Иржак, М. Ю. Кондратенко, Р. Тукулу, О. Матон // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2003. – № 2. – С. 27-29.
- [112] Shilo, D. Visualization of Acoustic Wave Fronts in Crystals by Stroboscopic X-ray Topography / D. Shilo, E. Lakin, E. Zolotoyabko [et al.] // Synchrotron Radiation News. – 2002. – Vol. 15. – № 2. – P. 21-26.
- [113] Whiteley, S. J. Correlating dynamic strain and photoluminescence of solid-state defects with stroboscopic x-ray diffraction microscopy / S. J. Whiteley, F. J. Heremans, G. Wolfowicz [et al.] // Nature Communications. – 2019. – Vol. 10. – № 1. – P. 3386.
- [114] Glüer, C. C. Stroboscopic topography with nanoseconds time resolution / C. C. Glüer, W. Graeff, H. Möller // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 1983. – Vol. 208. – № 1-3. – P. 701-704.
- [115] Capelle, B. Characterization of piezoelectric materials: old and new crystals / B. Capelle, A. Zarka, J. Schwartzel [et al.] // Le Journal de Physique IV. – 1994. – Vol. 4. – № C2. – P. C2-123.
- [116] D’Addario, A. Stroboscopic x-ray diffraction microscopy of dynamic strain in diamond thin-film bulk acoustic resonators for quantum control of nitrogen-vacancy centers / A. D’Addario, J. Kuan, N. F. Opondo [et al.] // Physical Review Applied. – 2024. – Vol. 22. – № 2. – P. 024016.
- [117] Annaka, S. Piezoelectric constants of  $\alpha$ -quartz determined from dynamical X-ray diffraction curves / S. Annaka, A. Nemoto // Applied Crystallography. – 1977. – Vol. 10. – № 4. – P. 354-355.
- [118] Gomes, E. J. L. KDP: Mn piezoelectric coefficients obtained by X-ray diffraction / E. J. L. Gomes, S. G. C. Moreira, A. S. de Menezes [et al.] // Synchrotron Radiation. – 2010. – Vol. 17. – № 6. – P. 810-812.
- [119] Благоев, А. Е. Измерение пьезоэлектрических констант кристалла лантан-галлиевого танталата рентгенодифракционными методами / А. Е. Благоев, Н. В. Марченков, Ю. В. Писаревский [и др.] // Кристаллография. – 2013. – Т. 58. – № 1. – С. 51-56.
- [120] Roshchupkin, D. Coefficients of thermal expansion in  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  and  $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$  crystals / D. Roshchupkin, D. Kovalev // Materials. – 2023. – Vol. 16. – № 12. – P. 4470.
- [121] Roshchupkin, D. Advanced Piezoelectric Crystals for Acoustoelectronics / D. Roshchupkin // Journal of Physics: Conference Series. – 2023. – Vol. 2657. – № 1. – P. 012001.
- [122] Diederichs, A. M. Monitoring microstructural evolution in-situ during cyclic deformation by high resolution reciprocal space mapping / A. M. Diederichs, F. Thiel, T. Fischer [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. – 2017. – Vol. 843. – № 1. – P. 012031.
- [123] Pantleon, W. Advances in characterization of deformation structures by high resolution reciprocal space mapping / W. Pantleon, C. Wejdemann, B. Jakobsen

- [et al.] // Proceedings Risø International Symposium on Materials Science. – 2010. – Vol. 31. – P. 79-100.
- [124] Щербачев, К. Д. Исследование эволюции дефектной структуры слоя Si после имплантации ионов  $^{64}\text{Zn}^+$  и последующих термических отжигов / К. Д. Щербачев, В. В. Привезенцев, В. В. Сарайкин, Д. А. Подгорный // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2010. – № 4. – С. 53-58.
- [125] Iordanova, I. X-ray investigation of annealed CeO<sub>2</sub> films prepared by sputtering on Si substrates / I. Iordanova, L. Popova, P. Aleksandrova, [et al.] // Thin Solid Films. – 2007. – Vol. 515. – № 20-21. – P. 8078-8081.
- [126] Yang, S. Investigation of annealing-treatment on structural and optical properties of sol-gel-derived zinc oxide thin films / S. Yang, Y. Liu, Y. Zhang, D. Mo // Bulletin of Materials Science. – 2010. – Vol. 33. – № 3. – P. 209-214.
- [127] Kulikov, A. G. Anisotropy and kinetics of the migration-induced layer formation in TeO<sub>2</sub> / A. G. Kulikov, A. E. Blagov, A. S. Ilin [et al.] // Journal of Applied Physics. – 2020. – Vol. 127. – № 6. – P. 065106.
- [128] Hanzig, J. Migration-induced field-stabilized polar phase in strontium titanate single crystals at room temperature / J. Hanzig, M. Zschornak, F. Hanzig [et al.] // Physical Review B. – 2013. – Vol. 88. – № 2. – P. 024104.
- [129] Kovalchuk, M. V. Formation of unusual nonferroic domains in TeO<sub>2</sub> single crystals under external electric field / M. V. Kovalchuk, A. E. Blagov, A. G. Kulikov [et al.] // Crystallography Reports. – 2014. – Vol. 59. – № 6. – P. 862-866.
- [130] Koizumi, H. Technique for high-quality protein crystal growth by control of subgrain formation under an external electric field / H. Koizumi, S. Uda, K. Fujiwara [et al.] // Crystals. – 2016. – Vol. 6. – № 8. – P. 95.
- [131] Baruchel, J. Synchrotron X-ray imaging for crystal growth studies / J. Baruchel, M. Di Michiel, T. Lafford [et al.] // Comptes Rendus Physique. – 2013. – Vol. 14. – № 2-3. – P. 208-220.
- [132] Takahasi, M. X-ray diffraction study of crystal growth dynamics during molecular-beam epitaxy of III–V semiconductors / M. Takahasi // Journal of the Physical Society of Japan. – 2013. – Vol. 82. – № 2. – P. 021011.
- [133] Sauer, W. X-ray diffraction under surface acoustic wave excitation / W. Sauer, T. H. Metzger, J. Peisl [et al.] // Physica B: Condensed Matter. – 1998. – Vol. 248. – № 1-4. – P. 358-365.
- [134] Roshchupkin, D. V. X-ray Bragg diffraction from langasite crystal modulated by surface acoustic wave / D. V. Roshchupkin, D. V. Irzhak, R. Tucoulou, O. A. Buzanov // Journal of applied physics. – 2003. – Vol. 94. – № 10. – P. 6692-6696.
- [135] Roshchupkin, D. V. X-ray topography analysis of acoustic wave fields in the SAW-resonator structures / D. V. Roshchupkin, H. D. Roshchupkina, D. V. Irzhak // IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control. – 2005. – Vol. 52. – № 11. – P. 2081-2087.

- [136] Kulikov, A. G. X-ray topographic study of quartz cavities with a triple electrode / A. G. Kulikov, N. V. Marchenkov, A. E. Blagov [et al.] // *Acoustical Physics*. – 2016. – Vol. 62. – № 6. – P. 694-699.
- [137] Ибрагимов, Э. С. Исследование пространственного распределения деформаций в кварцевых пьезоэлементах методом рентгеновской топографии / Э. С. Ибрагимов, Ф. С. Пиляк, А. Г. Куликов [и др.] // *Акустический журнал*. – 2024. – Т. 70. – № 3. – С. 58-66.
- [138] Lübbert, D. Visrock: a program for digital topography and X-ray microdiffraction imaging / D. Lübbert, T. Baumbach // *Applied Crystallography*. – 2007. – Vol. 40. – № 3. – P. 595-597.
- [139] Stoupin, S. DTXRD - software for evaluation of single crystals using x-ray diffraction / S. Stoupin // *InterCAT TWG Meeting*. – 17.04.2014.
- [140] Патент № 463045 СССР, Рентгеновский спектрометр / З. Г. Пинскер, Э. К. Ковьев, А. В. Миренский, А. С. Фокин, М. В. Ковальчук, Ю. Н. Шилин. – опубл. 05.03.1975.
- [141] Chaize, J. M. TANGO - an object oriented control system based on CORBA / J. M. Chaize, A. Gotz, W. D. Klotz [et al.] // *Conf. Proc. C*. – 1999. – Vol. 991004. – P. 475-479.
- [142] Coutinho, T. SARDANA: The software for building SCADAS in scientific environments / T. Coutinho, G. Cuní, D. Fernández-Carreiras [et al.] // *Proceedings of ICALEPCS2011*. – 2011. – P. 607-609.
- [143] Mill, B. V. Langasite-type materials: from discovery to present state / B. V. Mill, Y. V. Pisarevsky // *Proceedings of the 2000 IEEE/EIA International Frequency Control Symposium and Exhibition*. – IEEE, 2000. – P. 133-144.
- [144] Сильвестрова, И. М. Температурные зависимости упругих свойств монокристалла  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  / И. М. Сильвестрова, Ю. В. Писаревский, П. А. Сенющенков, А. И. Крупный // *Физика твердого тела*. – 1986. – Т. 28. – № 9. – С. 2875-2878.
- [145] Bohm, J. Czochralski growth and characterization of piezoelectric single crystals with langasite structure:  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  (LGS),  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_{14}$  (LGN) and  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$  (LGT) II. Piezoelectric and elastic properties / J. Bohm, E. Chilla, C. Flannery [et al.] // *J. Cryst. Growth*. – 2000. – Vol. 216. – № 1-4. – P. 293-298.
- [146] Klemen, C. Defect structure of langasite-type crystals: a challenge for application / C. Klemen, M. Berkowski, B. Deveaud-Pledran, D. C. Malocha // *Proceedings of the 2002 IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition*. – IEEE, 2002. – P. 301-306.
- [147] Sato, H. Control of the facet plane formation on solid-liquid interface of LGS / H. Sato, M. Kumatoriya, T. Fujii // *Journal of crystal growth*. – 2002. – Vol. 242. – № 1-2. – P. 177-182.
- [148] Bechmann, R. Elastic and piezoelectric constants of alpha-quartz / R. Bechmann // *Physical review*. – 1958. – Vol. 110. – № 5. – P. 1060.
- [149] Шмелев, В. К. Рентгеновские аппараты / В. К. Шмелев. – Москва: Энергия, 1973. – 472 с.