

ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ПРИ ВОЗБУЖДЕНИИ ОРТОГОНАЛЬНЫХ АКУСТИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ В КРИСТАЛЛЕ КВАРЦА

А.Е. БЛАГОВ^{3,4}, В.Р. КОЧАРЯН^{1,2*}, Я.А. ЭЛИОВИЧ^{3,4},
А.В. ТАРГОНСКИЙ^{3,4}, А.Е. МОВСИСЯН¹, В.А. КОРЖОВ^{3,4},
А.В. ШАГВЕРДЯН¹, А.Г. МКРТЧЯН^{1,2}, М.В. КОВАЛЬЧУК^{3,4}

¹Институт прикладных проблем физики НАН Армении, Ереван, Армения

²Национальный исследовательский Томский политехнический
университет, Томск, Россия

³ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

⁴Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

*e-mail: vahan2@yandex.ru

(Поступила в редакцию 16 декабря 2021 г.)

С целью создания рентгеноакустического монохроматора с возможностью одновременного управления интенсивностью и угловым положением рентгеновских лучей изучены распределения полуширины и интенсивности пиков кривой качания вдоль поверхности монокристалла кварца от отражающих атомных плоскостей (11 $\bar{2}$ 0) в симметричной геометрии Лауэ при наличии продольных и поперечных акустических колебаний. Показано, что возможно одновременное возбуждение взаимно перпендикулярных акустических волн в единственном кристалле-резонаторе с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого из типов колебаний. При этом поперечные колебания «по толщине» кристалла дают возможность управления интенсивностью дифрагированного излучения, а продольные колебания «по длине» дают возможность осуществления контролируемой угловой перестройки дифрагированного пучка.

1. Введение

Исследовательские методы, основанные на применении рентгеновского или синхротронного излучения, применяются для решения самых разных фундаментальных и научно-технических задач. Они позволяют определять реальную внутреннюю структуру исследуемых объектов, изучать микроэлектронные компоненты, проводить исследования биологических и органических объектов и многое другое. Развитие методологии рентгеновских экспериментов привело к необходимости быстрого изменения параметров пучка во время эксперимента, например выбора определенных значений энергии, перестройки или вариации углового положения пучка. Обычно для этого используются кристаллы-монохроматоры, позиционирование которых осуществляется специальными

гонометрическими системами. Иными словами, любое перемещение такого кристалла, необходимое для перестройки экспериментальной схемы, лимитируется скоростью перестройки соответствующей механической системы. Дополнительным ограничением является высокая инерционность таких систем, делающая практически невозможным проведение быстрых повторяющихся измерений. Совокупность указанных факторов делает принципиально невозможным исследование быстрых процессов с помощью гониометрической перестройки параметров пучка непосредственно во время проведения экспериментов. Альтернативный способ перестройки параметров рентгеновского пучка со значительно большей скоростью можно осуществлять с помощью изменения параметров кристаллической решетки под действием различных внешних воздействий, например акустических полей [1–4], электрического поля [5,6] или температурного градиента [7–10]. А синусоидальная модуляция кристаллической решетки с коротковолновой поверхностной акустической волной при дифракции рентгеновского излучения в геометрии Брэгга приводит к появлению на кривой качания дифракционных сателлитов, угловое положение и интенсивность которых зависят от амплитуды и длины волны ультразвуковой сверхрешетки, от энергии падающего рентгеновского излучения и порядка рефлекса [11–14].

Одним из наиболее удобных и эффективных способов влияния на дифракцию рентгеновских лучей в геометрии Лауэ является наличие в монокристаллической пластине стоячих продольных «по длине кристалла» или поперечных «по толщине кристалла» акустических колебаний. Например, в работе [4] показано, что возбуждение стоячей продольной акустической волны приводит к возникновению градиента параметра кристаллической решетки вдоль поверхности образца, причем область с однородной деформацией соответствует изменению углового положения, а неоднородная – уширению угловой области отражения, и показана возможность динамического контроля изменения параметра решетки за счет ультразвукового воздействия с помощью вариации частоты сигнала и увеличения его амплитуды. Затем в работах [15,16] был предложен способ измерения кривых дифракционного отражения (КДО) кристалла с помощью рентгеноакустической перестройки, позволяющий проводить прецизионные измерения без необходимости использования гониометрических систем. Детальное исследование функциональных характеристик таких элементов, включая некоторые особенности их колебаний, подтвержденных с помощью математических расчетов, представлено в работе [17]. Благодаря проведенным исследованиям был создан новый прибор – рентгеноакустический дифрактометр, позволяющий проводить прецизионные измерения КДО исследуемых кристаллов с временным разрешением вплоть до 100 мкс, причем при реализации методики на синхротронной станции временное разрешение достигает 5 мкс. Также в работе [18] была продемонстрирована возможность спектральной перестройки рентгеновского пучка с помощью рентгеноакустической модуляции и был измерен спектр лабораторного источника.

Другое направление посвящено в основном изучению возможностей управления интенсивностью рентгеновского излучения и его фокусировкой (влияние

на дифракцию рентгеновских лучей в геометрии Лауэ наличие стоячих поперечных «по толщине кристалла» акустических колебаний в монокристалле). Выявлены основные факторы, влияющие на поглощение, интенсивность и спектрально-угловое распределение отраженного пучка рентгеновских лучей. В частности, было показано, что наличие акустических колебаний [1,19,20] решетки может быть использовано для управления интенсивностью и местоположением фокусного пятна рентгеновских лучей. На основе этих исследований были разработаны рентгеновские линзы с управляемыми пространственными параметрами [19,20], монохроматоры [21], коллиматоры [22], слоистые фильтры [23] и т.д. В работе [24,25] экспериментально показано, что возбуждение объемных акустических волн в монокристалле кварца с АТ-срезом приводит к пространственной модуляции дифрагированных пучков, во фронтальном сечении пучка возникают полосы интенсивности, а их число зависит от порядка гармоники возбуждения акустического поля. В работах [26,27] была получена двойная модуляция рентгеновского излучения акустическим колебанием, которая в свою очередь, модулирована низкочастотным акустическим колебанием.

В работе [28] с помощью численных расчетов были получены трехмерные картины распределения деформаций, которые показали, что распределение напряжений в резонаторе имеет слоистую структуру, причем «слои» параллельны отражающим плоскостям кристалла-резонатора. Также в результатах расчетов наблюдается сложная структура локальных максимумов, которая хорошо согласуется с результатами измерений с помощью метода рентгеновской топографии. Аналогичные эксперименты проводились также и на синхротронном источнике КИСИ «Курчатов» НИЦ «Курчатовский институт», на станции РКФМ (станция рентгеновской кристаллографии и физического материаловедения), где благодаря высокой яркости пучка были впервые определены характерные времена наблюдаемых эффектов с использованием современных время-разрешающих методик [29].

С целью создания рентгеноакустического монохроматора с возможностью одновременного возбуждения взаимно перпендикулярных акустических волн в кристалле для осуществления одновременного управления интенсивностью и угловым положением рентгеновских лучей, а также развития методов управления пространственно-временными характеристиками рентгеновского излучения, в данной работе изучено изменение полуширины кривой качания отражающих атомных плоскостей монокристалла кварца в симметричной геометрии Лауэ в условиях возбуждения продольных и поперечных акустических колебаний в зависимости от местоположения падающего пучка.

2. Методика экспериментов и полученные результаты

Для изучения распределения полуширины кривой качания отражающих атомных плоскостей монокристалла кварца при воздействии продольных и поперечных акустических колебаний в зависимости от местоположения падающего пучка использовалась двухкристальная схема рентгеновской дифрактометрии (рис.1). В качестве источника использовалось излучение рентгеновской трубки с

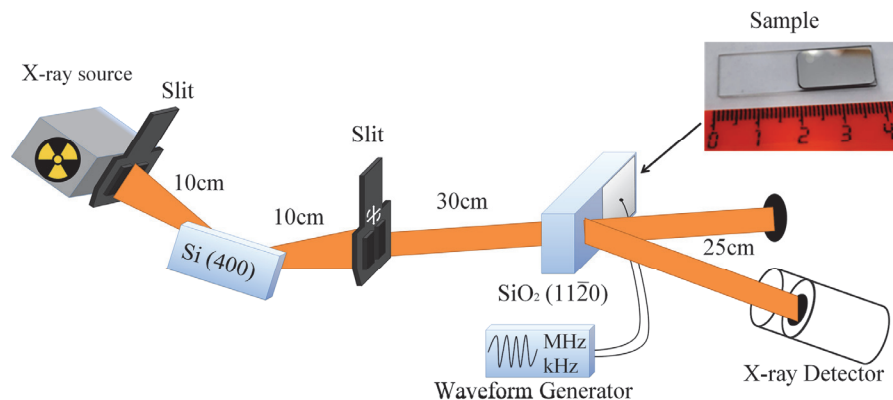


Рис.1. Схема эксперимента и фотография образца (правый верхний угол).

Мо анодом, из которого симметричным отражением Si (400) было выделено монокроматическое излучение с длиной волны $\lambda[\text{MoK}\alpha_1] = 0.70932 \text{ \AA}$. 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. В качестве образца в экспериментах использовалась кварцевая пластина размером $38.4 \times 10.5 \times 1.05 \text{ мм}^3$, на половину боковых поверхностей которой методом магнетронного напыления наносились электроды (рис.1). Образец юстировался под углом Брэгга 8.3° для атомных плоскостей (11 $\bar{2}$ 0) в геометрии Лауэ, после чего регистрировались кривые качания кристалла-образца при отсутствии акустических волн, с наличием продольных акустических волн, с наличием поперечных акустических волн и с наличием продольных и поперечных акустических волн одновременно.

Такая конфигурация, оснащенная парой электродов, использовалась для регистрации распределения полуширины пика КДО вдоль поверхности исследуемого резонатора на свободной от напыления части для оценки степени дефектности исследуемого кристалла, а также для проведения предварительных измерений, связанных с изучением распределений деформаций при приложении сигнала резонансной частоты каждого из видов колебаний. Результаты измерений представлены на рис.2. Из полученных результатов видно, что при отсутствии акустических волн относительное изменение полуширины пика КДО составляет не более нескольких угловых секунд в зависимости от области засветки, а среднее значение полуширины вдоль поверхности кристалла составляет порядка 12 угл.с. Таким образом, исследуемый резонатор имеет достаточно однородную структуру.

Образцы предварительно тестировались с помощью анализатора спектров Rigol DSA 815TG для определения значений резонансных частот, соответствующих различным типам колебаний. Резонансная частота продольных колебаний составляла 132.258 кГц, а резонансная частота поперечных колебаний составляла 2.7805 МГц. Стоит отметить, что по предварительным данным, полученным с помощью анализатора спектра, используемый резонатор обладает хорошим резонансом для каждого из двух типов колебаний.

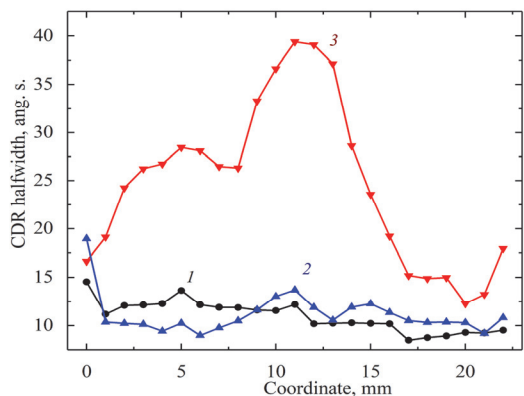


Рис.2. Распределение полуширины пика КДО вдоль поверхности кристалла-резонатора кварца: (1) нет сигнала, (2) резонансный сигнал поперечных колебаний с частотой 2.7805 МГц и напряжением 15В и (3) резонансный продольный акустический сигнал с частотой 132.258 кГц и напряжением 15В.

Далее аналогичные эксперименты проводились при приложении акустического сигнала частотой 132.258 кГц, соответствующего резонансной частоте продольных колебаний. Оценивалось распределение полуширины пика КДО вдоль поверхности кристалла в тех же самых точках. Затем аналогичные результаты были получены для сканирования при приложении сигнала с частотой 2.7805 МГц, соответствующей значению резонансной частоты поперечных колебаний исследуемого кристалла. Полученные результаты, а также их сравнение с результатами предыдущих продольных сканирований представлены на рис.2. Из полученных результатов видно, что продольные колебания существенно изменяют характер распределения полуширины кривой дифракционного отражения вдоль поверхности кристалла, тогда как поперечные колебания практически не оказывают влияния на распределение полуширины.

На рис.3. приведены зависимости интенсивности пика КДО от координаты на поверхности в тех же самых точках без акустических колебаний и при условии возбуждения в образце поперечных акустических колебаний. Как видно из рис.3 интенсивность отраженного кристаллом рентгеновского излучения увеличивается в несколько раз при возбуждении поперечных акустических колебаний, хотя полуширина КДО (рис.2 (2)) почти не изменяется, то есть осуществляется переброска интенсивности из направления прохождения в направление отражения, причем степень увеличения интенсивности зависит от местоположения засветки и имеет периодический характер по длине кристалла, что согласуется с результатами, полученными ранее в работе [23].

Для проведения экспериментов с двумя типами колебаний был выбран тот же самый образец, на который дополнительно с помощью специальной пасты была нанесена вторая пара токопроводящих электродов. Для этого к паре контактов, нанесенных методом магнетронного напыления с помощью низкотемпературного сплава подпаивались подводящие управляющий сигнал провода, а сам резонатор закреплялся в том же самом держателе, который ранее использовался для проведения тестовых экспериментов.

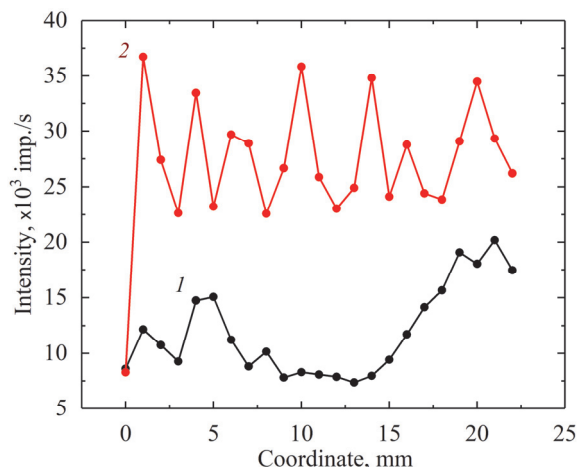


Рис.3. Распределение интенсивности пика КДО вдоль поверхности кристалла-резонатора кварца: (1) нет сигнала, (2) резонансный сигнал поперечных колебаний с частотой 2.7805 МГц и напряжением 15В.

В такой конфигурации, фотография которой представлена на рис.4а, одна половина резонатора использовалась для подвода сигнала резонансной частоты продольных колебаний, а другая для подвода сигнала резонансной частоты поперечных колебаний.

На фотографии видно, что использование двух пар контактов, расположенных в центрах контактных площадок, серьезно ограничивает «рабочую» зону резонатора. Фактически при проведении дальнейших экспериментов использовалась только центральная часть кристалла, расположенная между двумя парами токопроводящих контактов, в соответствии со схемой, представленной на рис. 4б, где она обозначена красным цветом. Размер этой области составил 16 мм при общей длине кристалла 38.4 мм. Измерения проводились именно в этой области, при этом было установлено, что нулевая точка на всех последующих измерениях соответствует точке с координатой 9 мм на прошлом этапе измерений. Распределения полуширины КДО вдоль поверхности кристалла в этой области с выключенными сигналами представлены на рис. 5 (кривая 1).

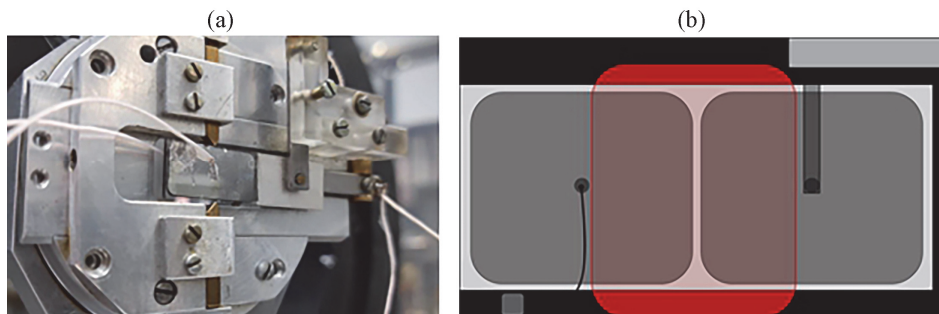


Рис.4. (а) Фотография двухчастотного элемента, закреплённого в специальном держателе, с двумя парами электродов и (б) схематичное изображение исследуемого резонатора (область дальнейших измерений отмечена красным цветом).

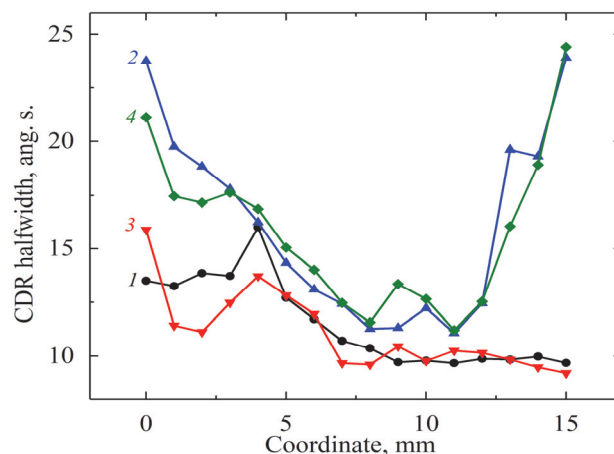


Рис.5. Продольное распределение полуширины пика КДО вдоль поверхности кристалла в области между двумя контактами: (1) сигнал выключен, (2) включена только продольная акустика, (3) включен только поперечная акустика и (4) включены сразу два типа колебаний.

После нанесения дополнительной пары токопроводящих электродов и подключения второй пары контактов были обнаружены незначительные изменения резонансных частот продольных и поперечных колебаний. Изменение резонансной частоты продольных колебаний составило 0.154 кГц (новое значение резонансной частоты составило 132.098 кГц), а для поперечных колебаний составило 0.5 кГц (новое значение резонансной частоты составило 2.781 МГц).

При новых значениях частот сигналов было проведено аналогичное сканирование вдоль поверхности резонатора для получения распределения полуширины пика КДО от координаты в области между двумя контактами. На рис.5 приведены результаты измерений в следующих условиях: подается сигнал для возбуждения только продольных акустических колебаний через первую пару электродов (кривая 2); подается сигнал для возбуждения только поперечных акустических колебаний через вторую пару электродов (кривая 3); подаются сигналы для возбуждения сразу двух типов акустических колебаний в исследуемом кристалле-резонаторе (кривая 4).

Как видно из рисунка 5, возбуждение только поперечных акустических колебаний практически не приводит к изменению полуширин по всей длине кристалла (кривая 3) по сравнению со случаем, когда колебания в кристалле не возбуждаются (кривая 1), тогда как возбуждение только продольных акустических колебаний приводит к значительному изменению полуширин по длине кристалла (кривая 2), связанного с постоянными колебаниями параметра решетки. Также видно, что возбуждение поперечных колебаний одновременно с продольными (кривая 4) не вызывает существенных изменений в наблюдаемом распределении деформаций вдоль поверхности кристалла по сравнению со случаем возбуждения только продольных акустических колебаний, т.е. изменение полуширины по длине кристалла обусловлено возбуждением только продольных акустических колебаний. Аналогичная картина наблюдается для распределений интенсивности дифрагированного пучка в условиях одновременного возбуждения двух типов колебаний, при этом изменение интенсивности обусловлено возбуждением только поперечных акустических колебаний в кристалле.

3. Заключение

Таким образом, изучены распределения полуширины и интенсивности пиков кривой дифракционного отражения вдоль поверхности монокристалла кварца от отражающих атомных плоскостей ($11\bar{2}0$) при возбуждении продольных и поперечных акустических колебаний. Показана возможность одновременного возбуждения двух упомянутых типов колебаний в единственном кристаллрезонаторе с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого из типов колебаний. При этом поперечные колебания «по толщине» дают возможность управления интенсивностью дифрагированного излучения, а продольные колебания «по длине» дают возможность осуществления контролируемой угловой перестройки дифрагированного пучка.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Комитета по науке РА в рамках научного проекта № 21AG-1C069 и при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части подготовки образцов и при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по гранту № 075-15-2021-1362 в части разработки методик проведения экспериментов.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, Р.Г. Габриелян, Л.А. Кочарян, К.Г. Галоян, А.А. Асланян. Письма в ЖТФ, **9**(11), 1181 (1983).
2. Y. Epelboin, J. Detaint, B. Capelle. J. Appl. Cryst., **31**, 574 (1998).
3. E. Zolotoyabko, J.P. Quintana. Review of scientific instruments, **75**, 699 (2004).
4. A.E. Blagov, M.V. Kovalchuk, Yu.V. Pisarevskii, P.A. Prosekov. Crystallography Reports, **53**, 379 (2008).
5. R. Guillot, P. Allé, P. Fertey, N.K. Hansen, E. Elkaïm. J. Appl. Cryst., **35**, 360 (2002).
6. S.J. Van Reeuwijk, A. Puig-Molina, O. Mathon, R. Tucoulou, H. Graafsma. Journal of Applied Physics, **94**, 6708 (2003).
7. V. Mocella, W.-K. Lee, G. Tajiri, D. Mills, C. Ferrero, Y. Epelboin. J. Appl. Cryst., **36**, 129 (2003).
8. L. Zhang, M. Sánchez del Río, G. Monaco, C. Detlefs, T. Roth, A.I. Chumakov, P. Glatzel. J. Synchrotron Rad., **20**, 567 (2013).
9. V.R. Kocharyan, A.E. Movsisyan, A.S. Gogolev. Journal of Contemporary Physics, **53**, 263, (2018).
10. А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, В.К. Мирзоян. Письма в ЖТФ, **8**, 677 (1982).
11. Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, Р. Тукулу, О. Матон. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед., no. 1, 10 (2002).
12. V.V. Antipov, A.A. Blistanov, E.D. Roshchupkina, R. Tucoulou, L. Ortega, D.V. Roshchupkin. Appl. Phys. Lett., **85**, 5325 (2004).
13. D.V. Roshchupkin, D.V. Irzhak, V.V. Antipov. Appl. Phys. Lett., **94**, 222903 (2009).
14. V.I. Punegov, Y.I. Nesterets, D.V. Roshchupkin. J. Appl. Cryst., **43**, 520 (2010).
15. M.V. Kovalchuk, A.V. Targonskii, A.E. Blagov, I.S. Zनावескина, Yu.V. Pisarevskii. Crystallography Reports, **56**, 828 (2011).
16. A.E. Blagov, P.A. Prosekov, A.V. Targonskii, Ya.A. Eliovich. Crystallography Reports,

- 60, 167 (2015).
17. A.E. Blagov, A.N. Darinskii, A.V. Targonskii, Yu.V. Pisarevskii, P.A. Prosekov, M.V. Kovalchuk. *Acoustical Physics*, **59**, 506 (2013).
 18. A.E. Blagov, Yu.V. Pisarevskii, P.A. Prosekov, A.V. Targonskii, Ya.A. Eliovich, A.I. Protsenko, M.V. Koval'chuk. *Crystallography Reports*, **62**, 831 (2017).
 19. R.G. Gabrielyan, A.R. Mkrtchyan, H.A. Aslanyan, Kh.V. Kotandyan. *Phys. Stat. Sol. (a)*, **92**, 361 (1985).
 20. A.R. Mkrtchyan, M.A. Navasardian, R.G. Gabrielyan, L.A. Kocharian, R.N. Kuzmin. *Solid State Communications*, **59**, 147 (1986).
 21. A.R. Mkrtchyan, A.H. Mkrtchyan, V.R. Kocharyan, A.E. Movsisyan, S.B. Dabagov, A.P. Potylicyn. *J. Contemp. Phys.*, **48**, 141 (2013).
 22. В.К. Мирзоян, С.Н. Норейн. *Изв. АН Армении, Физика*, **26**, 33 (1991).
 23. V.R. Kocharyan. *J. Contemp. Phys.*, **52**, 392 (2017).
 24. В.К. Мирзоян, Т.Г. Довлатян, П.В. Мирзоян. *Поверхность*, № 9, 80 (2002).
 25. A.R. Mkrtchyan, A.S. Bagdasaryan, V.R. Kocharyan, A.A. Kiziridi, T.R. Muradyan. *J. Contemp. Phys.*, **51**, 386 (2016).
 26. Л.А. Кочарян, А.Г. Бегларян, О.А. Унанян, К.Г. Галоян, Э.М. Арутюнян. *Изв. АН Арм. ССР. Физика*, **21**, 323 (1986).
 27. А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, Л.А. Кочарян, В.К. Мирзоян, О.А. Унанян, К.Т. Айрапетян. *Известия АН Арм. ССР физика*, **21**, 326 (1986).
 28. A.R. Mkrtchyan, A.E. Blagov, V.R. Kocharyan, A.G. Kulikov, A.E. Movsisyan, T.R. Muradyan, A.V. Targonsky, Ya.A. Eliovich, A.N. Darinski, Yu.V. Pisarevski, M.V. Kovalchuk. *J. Contemp. Phys.*, **54**, 210 (2019).
 29. A.E. Blagov, V.R. Kocharyan, A.E. Movsisyan, T.R. Muradyan, A.V. Targonsky, Ya.A. Eliovich, Yu.V. Pisarevsky, A.Yu. Seregin, V.A. Korzhov, M.V. Kovalchuk. *J. Contemp. Phys.*, **55**, 376 (2020).

X-RAYS DIFFRACTION BY EXCITATION OF ORTHOGONAL ACOUSTIC OSCILLATIONS IN A QUARTZ CRYSTAL

A.E. BLAGOV, V.R. KOCHARYAN, YA.A. ELIOVICH, A.V. TARGONSKY,
A.E. MOVSISYAN, V.A. KORZHOV, A.V. SHAHVERDYAN,
A.H. MKRTCHYAN, M.V. KOVALCHUK

With the aim of creating an X-ray acoustic monochromator with the possibility of simultaneous control of the intensity and angular position of X-rays, the distributions of the half-width and intensity of the peaks of the rocking curve along the surface of a quartz single crystal from reflecting atomic planes ($11\bar{2}0$) in the presence of longitudinal and transverse acoustic oscillations have been studied. It is shown that it is possible to simultaneously excite mutually perpendicular acoustic waves in a single crystal-resonator while maintaining the ability to control the parameters of the X-ray beam using each of the types of oscillations. In this case, transverse oscillations "along the thickness" of the crystal make it possible to control the intensity of the diffracted radiation, and longitudinal oscillations "along the length" make it possible to carry out a controlled angular adjustment of the diffracted beam.