Письма в ЖЭТФ, том 115, вып. 3, с. 170 – 175

Изучение особенностей дифракции рентгеновских лучей в кристалле кварца, модулированном продольными и поперечными ультразвуковыми колебаниями

Я. А. Элиович[+*1)], *А. Е. Благов*[+*], *В. Р. Кочарян*[×∘], *А. С. Гоголев*[∘], *А. В. Таргонский*[+*], *А. Е. Мовсисян*[×], *В. А. Коржов*[+*], *А. Г. Мкртчян*[×], *М. В. Ковальчук*[+*]

[+] *Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника" РАН, 119333 Москва, Россия*

[*] *Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", 123182 Москва, Россия*

[×] *Институт прикладных проблем физики НАН РА, 375014 Ереван, Армения*

[∘] *Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050 Томск, Россия*

Поступила в редакцию 8 декабря 2021 г.
После переработки 13 декабря 2021 г.
Принята к публикации 13 декабря 2021 г.

Исследованы особенности одновременного воздействия продольных и толщинных ультразвуковых колебаний в кристалле кварца на параметры отраженного рентгеновского излучения. Показано, что при таком воздействии наблюдается как эффект рентгеноакустической переброски, заключающийся в увеличении интенсивности дифрагированного кристаллом излучения при возбуждении поперечных колебаний с линейной поляризацией, так и уширение кривой дифракционного отражения, возникающее вследствие формирования стоячей волны в кристалле при продольных колебаниях. Впервые продемонстрирована возможность управления сразу несколькими ключевыми параметрами рентгеновского излучения с помощью одного кристалла, при этом поперечные колебания позволяют варьировать интенсивность дифрагированного излучения, а продольные колебания дают возможность контролируемо изменять угловую перестройку дифрагированного кристаллом рентгеновского пучка.

DOI: 10.31857/S1234567822030065

1. Введение. В настоящее время одной из актуальных задач исследований с использованием рентгеновского излучения является разработка подходов, позволяющих непосредственно в процессе эксперимента управлять пространственно-временными параметрами рентгеновского пучка (такими как интенсивность, пространственное и спектральное распределение, фокусное расстояние и т.д.). Обычно управление данными параметрами происходит посредством различных механических систем, изменяющих положение отдельных элементов экспериментальной схемы, которые серьезно ограничивают точность и скорость измерений. Последний параметр особо важен при изучении быстропротекающих явлений, например, фазовых переходов, и исследованиях динамики внутренней структуры. Проведение таких экспериментов требует разработки новых методик, обладающих существенно большим временным разрешением. Одним из таких подходов является способ управления пространственно-временными параметрами рентгеновского излучения, основанный на изменении параметров кристаллической решетки при воздействии различных внешних сил, например, акустических колебаний, электрических волн или температурных градиентов.

Одним из подходов, позволяющих значительно улучшить временное разрешение рентгенодифракционных методов, является использование особых адаптивных элементов рентгеновской оптики (АЭРО), управляемых сигналами различных частот. Ранее было показано, что ультразвук, в зависимости от частоты управляющего сигнала и его типа, может использоваться для эффективного управления пространственно-временными параметрами рентгеновского излучения непосредственно в процессе эксперимента. В частности, было показано, что пространственным положением рентгеновского пучка [1–4] и его спектральными характеристиками [5, 6] можно управлять при возбуждении в кристалле ультразвуковых колебаний "по длине", а при возбуждении в кристалле колебаний "по толщине" можно управлять интегральной интенсивностью [7–10],

[1)] e-mail: yan.eliovich@gmail.com

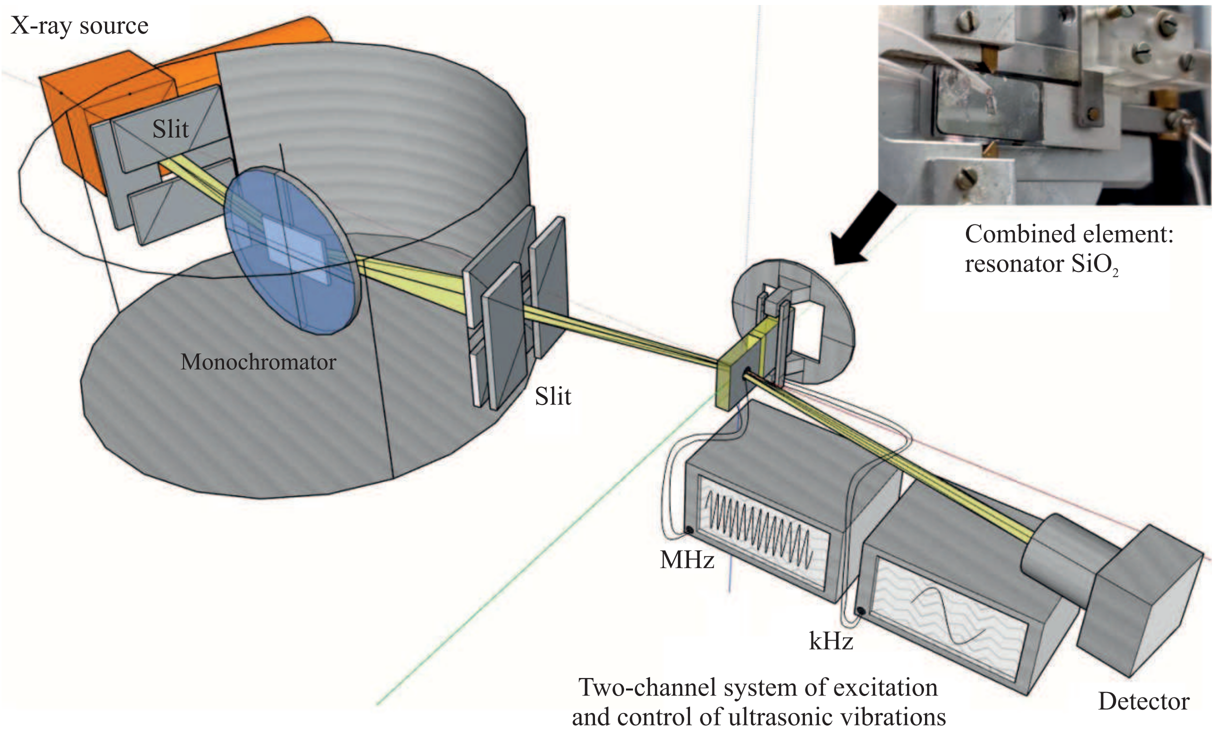

Рис. 1. (Цветной онлайн) Рентгенооптическая схема экспериментальной установки

распределением интенсивности [11, 12] и фокусным расстоянием [13, 14]. В работе [15] с помощью численных расчетов были получены трехмерные картины распределения деформаций, которые показали, что распределение напряжений в резонаторе имеет слоистую структуру, причем "слои" параллельны 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, где благодаря высокой яркости пучка были впервые определены характерные времена наблюдаемых эффектов с использованием современных время-разрешающих методик [16]. Многообещающие результаты получаются также и при использовании адаптивных элементов на основе изгибных колебаний, впервые предложенных в [17], в частности, при их применении для реализации методов быстрой дифрактометрии [18] и рентгеновской спектроскопии поглощения (qEXAFS) [19].

Представляется перспективным изучение способов объединения указанных возможностей по управлению различными характеристиками рентгеновского или синхротронного пучка с помощью ультразвуковых колебаний для создания универсальных комбинированных элементов адаптивной рентгеновской оптики, объединяющих в себе все ключевые достоинства каждого из описанных выше типов элементов. Потенциально такие элементы позволят одновременно проводить перестройку углового положения рентгеновского пучка и управлять его интенсивностью или, например, фокусировкой, а возможность их легкой интеграции в рентгенооптические схемы позволит существенно расширить функционал как уже имеющихся синхротронных станций, так и проектируемых.

2. Методика проведения экспериментов. Эксперименты проводились в лаборатории РМАиСИ ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН на модернизированном лабораторном дифрактометре "АССВ", оснащенном рентгеновской трубкой с молибденовым анодом. Рентгенооптическая схема эксперимента показана на рис. 1. Использовалась двухкристальная схема рентгеновской дифрактометрии. В качестве монохроматора использовался совершенный монокристалл кремния с отражением 400. С помощью щели ($d = 0.15$ мм), расположенной перед образцом, выделялась характеристическая линия $\mathrm{MoK}_{\alpha1}$. Исследуемый образец – прямоугольный кристалл-резонатор кварца с поверхностью $(11\bar{2}0)$ и размерами $38 \times 10 \times 1$ мм, на боковые поверхности которого были нанесены две пары электродов для подвода управляющих ультразвуковых сигналов. Образец закреплялся на расстоянии ~ 40 см от монохроматора на основном многокружном гониометре в специализированном рентгеноакустическом держателе. Для проведения экспериментов использовался симметричный рефлекс 101 от атомных плоскостей кристалла кварца в геометрии Лауэ. Интенсивность дифрагированного пучка измерялась сцинтилляционным детектором.

Указанный держатель имел возможность работы в условиях одновременного возбуждения резонансных ультразвуковых колебаний в исследуемом кристалле в двух направлениях – продольном (низкочастотные ультразвуковые колебания) и поперечном (высокочастотные ультразвуковые колебания). Для возбуждения низкочастотных ультразвуковых колебаний (частота 132.1 кГц) половины боковых поверхностей кристалла были покрыты токопроводящим слоем серебра толщиной 200 мкм, через которые с помощью специального держателя на кристалл подавался низкочастотный ультразвуковой сигнал. Для возбуждения в кристалле высокочастотных ультразвуковых колебаний (частота 2.7744 МГц) управляющий сигнал подавался на другую пару контактов, изолированную от держателя и используемую одновременно для фиксации кристалла и подвода управляющего сигнала. Для высокочастотного сигнала использовалась другая конфигурация электродов: они наносились на боковые поверхности кристалла в форме круга, а также на торцевые поверхности кристалла, при этом использовалась другая половина боковой поверхности исследуемого кристалла-резонатора. Схематичная конфигурация резонатора, его контактных площадок, а также принцип подачи управляющих сигналов представлены на рис. 2.

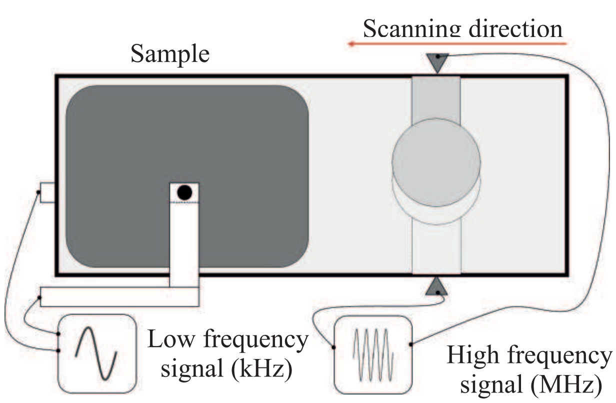

Рис. 2. Схематичная конфигурация электродов на кристалле-резонаторе и принцип подачи управляющих сигналов

После настройки двухканальной системы подачи и контроля ультразвуковых колебаний была проведена юстировка экспериментальной схемы для исследования возможности управления различными характеристиками рентгеновского излучения с помощью изменения параметров возбужденных в кристалле взаимно перпендикулярных ультразвуковых колебаний. Юстировка схемы проводилась следующим образом: сперва для оценки качества кристаллической структуры измерялись КДО кристалла в разных участках поверхности той части, которая использовалась для приложения высокочастотного ультразвукового сигнала, ультразвуковые сигналы при этом на кристалл не подавались. На следующем этапе в тех же точках поверхности измерялись КДО кристалла при возбуждении низкочастотных ультразвуковых колебаний (напряжение сигнала 45 В, частота $f_{\rm res} = 132.1$ кГц) с целью выбора участка кристалла, соответствующего максимальному изменению межплоскостного расстояния кристаллической решетки.

На рисунке 3 приведены значения ширины КДО на полувысоте (полуширины КДО) исследуемого кристалла вдоль правой половины, с шагом 1 мм без возбуждения (кривая *1*) и при возбуждении (кривая *2*) низкочастотных ультразвуковых колебаний, вторая пара электродов для высокочастотного сигнала при этом не используется. Начало сканирования (0 мм) соответствует правому (свободному) краю кристалла на рис. 1, а точка 19 мм соответствует центру кристалла.

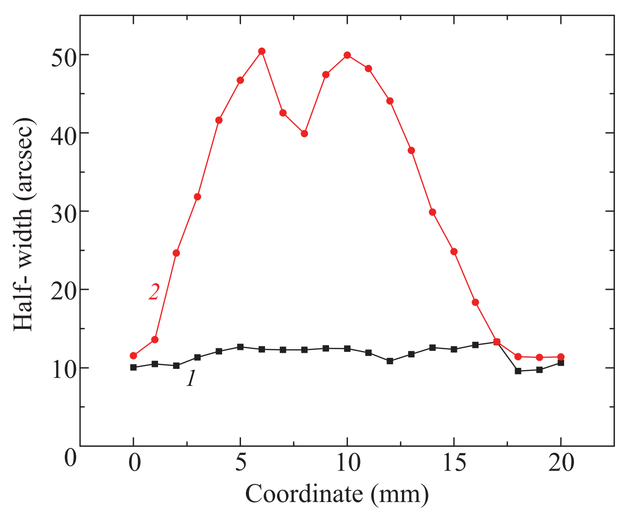

Рис. 3. (Цветной онлайн) Распределение полуширины пика КДО вдоль поверхности образца при: *1* – отсутствии сигнала; *2* – резонансном сигнале продольных колебаний

Как видно из этих результатов, в случае отсутствия возбуждения ультразвуковых колебаний по всей длине кристалла полуширина КДО почти не меняется, т.е. деформации кристалла при зажиме минимальны, а сам кристалл характеризуется достаточно однородной структурой. В присутствии низкочастотных ультразвуковых колебаний в кристалле полуширина КДО на краю и в центре кристалла почти не меняются, а с приближением к центру второй половины кристалла КДО уширяется, что хорошо согласуется с теоретическими моделями. Как видно из рис. 3, при напряжении электрического сигнала 45 В, подаваемого с частотой, соответствующей низкочастотному резонансу ($f_{\rm res} = 132.1$ кГц), полуширина КДО достигает максимума на расстоянии 6 мм от края кристалла.

Вследствие длительного ультразвукового воздействия структура исследуемого резонатора ухудшилась, появились сколы, протерся токопроводящий слой. Поэтому в дальнейших исследованиях образец заменили на аналогичный резонатор с идентичным характером распределения деформаций при возбуждении низкочастотных ультразвуковых колебаний, но немного меньшей эффективностью колебаний. Эксперименты проводились в той точке кристалла, где четко наблюдалось характерное двугорбое уширение КДО при возбуждении низкочастотного ультразвукового колебания (рис. 4a, кривая *2*). Как известно, наблюдаемая двугорбая кривая дифракционного отражения при измерениях в интегральном режиме [4], соответствует суперпозиции всех фаз колеблющегося кристалла, включая две крайние фазы – максимального расширения и максимального сжатия межплоскостного расстояния кристаллической решетки, а полуширина наблюдаемого двугорбого пика определяется интервалом изменения параметра кристаллической решетки при данной амплитуде ультразвука.

Далее в выбранной точке измерялась КДО в условиях возбуждения в кристалле только высокочастотных ультразвуковых колебаний (напряжение 35 В, частота $f_{\rm res} = 2.7744$ МГц, показана под номером *3* на рис. 4b), что привело к увеличению интегральной интенсивности отраженного рентгеновского излучения, аналогично описанному в [7, 16].

Далее проводились измерения КДО в случае, когда в кристалле кварца одновременно возбуждались и низкочастотные, и высокочастотные ультразвуковые колебания. В этих измерениях напряжение подаваемого на кристалле низкочастотного сигнала составляло 45 В, а напряжение подаваемого высокочастотного сигнала постепенно увеличивалось в диапа-

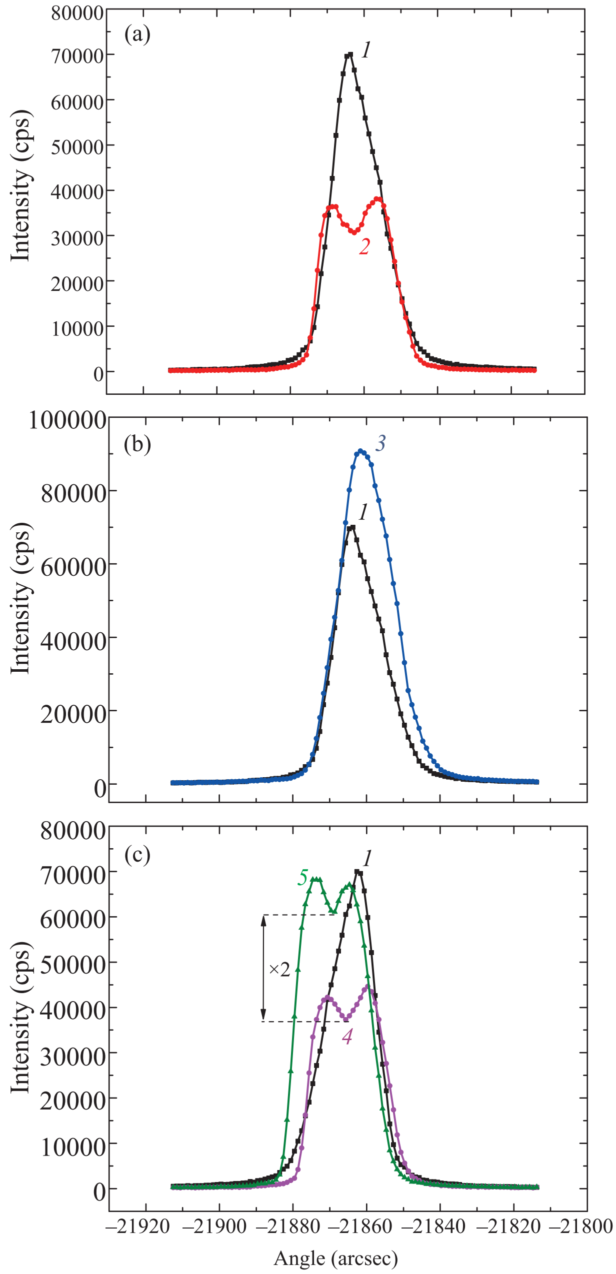

Рис. 4. (Цветной онлайн) КДО кристалла кварца в геометрии Лауэ, рефлекс $10\bar{1}1$: (a) – ультразвуковые сигналы выключены (кривая *1*), подается только низкочастотный сигнал с напряжением 45 В и частотой $f_{\rm res} = 132.1$ кГц (кривая *2*); (b) – ультразвуковые сигналы выключены (кривая *1*), подается только высокочастотный сигнал с напряжением 35 В и частотой $f_{\rm res} = 2.7744$ МГц (кривая *3*); (c) – ультразвуковые сигналы выключены (кривая *1*), одновременно подаются оба сигнала с такими же частотами и напряжениями (кривая *4*), одновременно подаются оба сигнала, напряжение высокочастотного сигнала увеличено до 100 В (кривая *5*)

зоне от 0 до 100 В. С увеличением напряжения высокочастотного сигнала, подаваемого на кристалл, наблюдалось равномерное увеличение интегральной интенсивности отраженного рентгеновского излучения (двугорбой кривой).

Исходная КДО получилась шире теоретической из-за поглощения рентгеновских лучей на токопроводящем слое и дисперсии рентгенооптической схемы. Смещение углового положения максимума интенсивности КДО (при воздействии высокочастотного ультразвука) и центрального локального минимума двугорбой кривой (при воздействии низкочастотного ультразвука и одновременном воздействии двух типов сигналов) относительно максимума при отсутствии сигналов может быть обусловлено пространственным смещением резонатора в кристаллодержателе во время колебаний.

На полученных результатах (рис. 4) отчетливо видно, что при увеличении амплитуды высокочастотного сигнала происходит двукратное увеличение интенсивности двугорбой кривой, при этом ее форма сохраняется, т.е. сохраняется и синусоидальный характер колебаний параметра решетки в кристаллерезонаторе в соответствии с подаваемым на образец низкочастотным сигналом, что говорит о возможности создания комбинированных элементов, позволяющих одновременно управлять как угловым положением, так и интенсивностью дифрагированного рентгеновского пучка.

3. Заключение. Полученные результаты показывают принципиальную возможность одновременного возбуждения двух ортогональных друг другу типов ультразвуковых колебаний в единственном кристалле-резонаторе с сохранением возможности управления параметрами рентгеновского пучка с помощью каждого из типов колебаний. Показано, что при одновременном воздействии наблюдается как эффект рентгеноакустической переброски, выражающийся в увеличении интенсивности дифрагированного излучения при поперечных линейно поляризованных колебаниях, так и уширение КДО, возникающее из-за формирования стоячей волны в кристалле при продольных колебаниях. При этом поперечные колебания дают возможность управления интенсивностью дифрагированного излучения, а продольные колебания дают возможность осуществления контролируемой угловой перестройки дифрагированного пучка. Таким образом, был впервые предложен первый рабочий прототип комбинированного адаптивного элемента рентгеновской оптики.

Работа выполнена в рамках программы развития ТПУ, а также 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.

---

1. А. Е. Благов, М. В. Ковальчук, В. Г. Кон, В. В. Лидер, Ю. В. Писаревский, Письма в ЖЭТФ **128**, 893 (2005).
2. А. Е. Благов, М. В. Ковальчук, В. Г. Кон, Ю. В. Писаревский, Кристаллография **51**, 779 (2006).
3. А. Е. Благов, М. В. Ковальчук, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков, Кристаллография **53**, 411 (2008).
4. А. Е. Благов, А. Н. Даринский, М. В. Ковальчук, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков, А. В. Таргонский, Акустический журнал **59**, 561 (2013).
5. А. Е. Благов, Ю. В. Писаревский, М. В. Ковальчук, Кристаллография **61**, 191 (2016).
6. А. Е. Благов, Ю. В. Писаревский, П. А. Просеков, А. В. Таргонский, Я. А. Элиович, А. И. Проценко, М. В. Ковальчук, Кристаллография **62**, 870 (2017).
7. А. Р. Мкртчян, М. А. Навасардян, Р. Г. Габриелян, Л. А. Кочарян, К. Г. Галоян, А. А. Асланян, Письма в ЖТФ **9**, 1181 (1983).
8. А. Р. Мкртчян, М. А. Навасардян, Л. А. Кочарян, М. А. Навасардян, О. А. Унанян, Р. Г. Габриелян, Р. П. Вардапетян, В. К. Мирзоян, Известия АН Арм. ССР (серия физическая) **21**, 326 (1986).
9. E. Zolotoyabko and J. P. Quintana, Rev. Sci. Instrum. **75**, 699 (2004).
10. A. R. Mkrtchyan, A. H. Mkrtchyan, V. R. Kocharyan, A. E. Movsisyan, S. B. Dabagov, and A. P. Potylicyn, Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) **48**, 141 (2013).
11. В. К. Мирзоян, Т. Г. Довлатян, П. В. Мирзоян, Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования **9**, 80 (2002).
12. A. R. Mkrtchyan, A. S. Bagdasaryan, V. R. Kocharyan, A. A. Kiziridi, and T. R. Muradyan, Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) **51**, 386 (2016).
13. R. G. Gabrielyan, A. R. Mkrtchyan, H. A. Aslanyan, A. H. Mkrtchian, R. H. Gasparian, G. M. Garibian, R. H. Avakian, S. P. Taroyan, and A. E. Avetisyan, Phys. Stat. Sol. A **92**, 361 (1985).
14. A. R. Mkrtchyan, M. A. Navasardian, R. G. Gabrielyan, L. A. Kocharian, and R. N. Kuzmin, Solid State Commun. **59**, 147 (1986).
15. 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, and M. V. Kovalchuk, Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) **54**, 210 (2019).

16. A. E. Blagov, V. R. Kocharyan, A. E. Movsisyan, T. R. Muradyan, A. V. Targonsky, Ya. A. Eliovich, Yu. V. Pisarevski, A. Yu. Seregin, V. A. Korzhov, and M. V. Kovalchuk, Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) **55**, 376 (2020).
17. А. Е. Благов, А. С. Быков, И. В. Кубасов, М. Д. Малинкович, Ю. В. Писаревский, А. В. Таргонский, Я. А. Элиович, М. В. Ковальчук, Приборы и техника эксперимента **5**, 109 (2016).
18. Я. А. Элиович, В. И. Аккуратов, А. В. Таргонский, А. Е. Благов, Кристаллография **63**, 708 (2018).
19. А. И. Проценко, А. Е. Благов, Ю. В. Писаревский, А. В. Рогачев, А. В. Таргонский, А. Л. Тригуб, Я. А. Элиович, С. Н. Якунин, М. В. Ковальчук, Успехи физических наук **191**, 88 (2021).