



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010149001/28, 01.12.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.12.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.12.2010

(43) Дата публикации заявки: 10.06.2012 Бюл. № 16

(45) Опубликовано: 10.11.2012 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 6385289 B1, 07.05.2002. SU 898302 A1, 15.01.1982. SU 1257482 A1, 15.09.1986. SU 894500 A1, 30.12.1981. EP 1365231 A2, 26.11.2003. EP 1477795 A1, 17.11.2004.

Адрес для переписки:

119333, Москва, Ленинский пр-кт, 59,
Учреждение Российской академии наук
Институт кристаллографии им. А.В.
Шубникова РАН

(72) Автор(ы):

**Ковальчук Михаил Валентинович (RU),
Благов Александр Евгеньевич (RU),
Писаревский Юрий Владимирович (RU),
Декапольцев Максим Валерьевич (RU),
Просеков Павел Андреевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

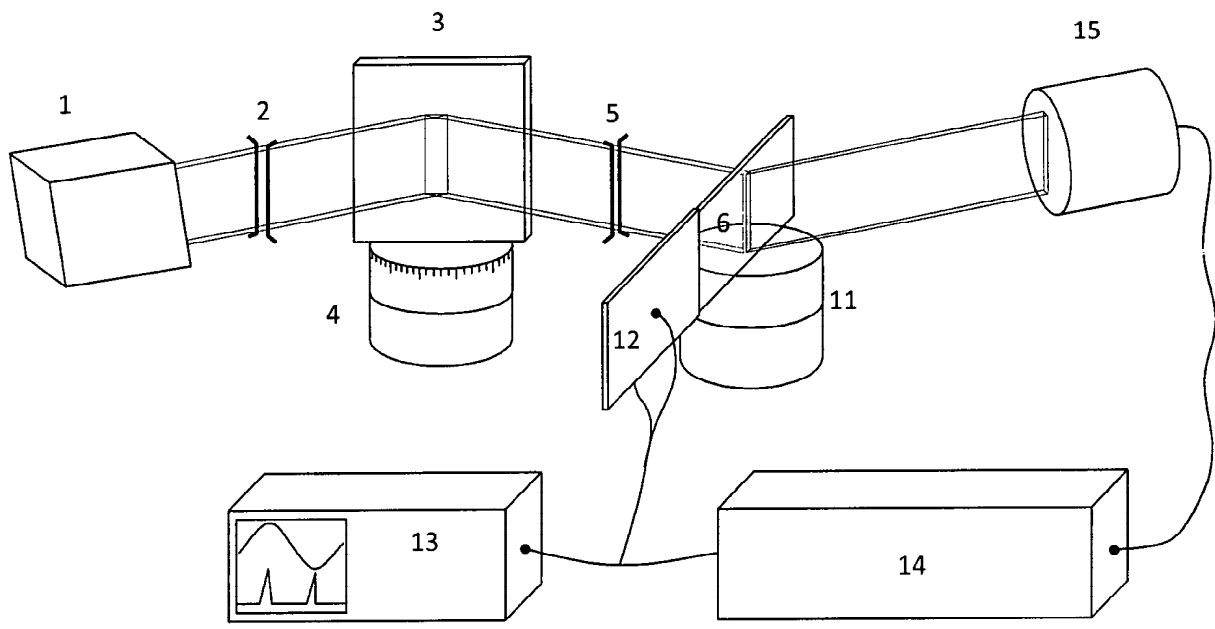
**Учреждение Российской академии наук
Институт кристаллографии им. А.В.
Шубникова РАН (RU)**

(54) СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ КРИВЫХ ДИФРАКЦИОННОГО ОТРАЖЕНИЯ

(57) Реферат:

Использование: для регистрации кривых дифракционного отражения. Сущность заключается в том, что пучок рентгеновского излучения заданного диапазона направляют на исследуемый кристалл, а интенсивность рентгеновского излучения, подвергшегося дифракции в исследуемом кристалле, определяют с помощью детектора при последовательном изменении параметров условий дифракции снимаемого

рентгеновского рефлекса, при этом параметры условий дифракции изменяют модуляцией межплоскостного расстояния снимаемого рентгеновского рефлекса посредством ультразвукового излучения. Технический результат: обеспечение возможности регистрации кривых дифракционного отражения путем управления параметрами рентгеновского пучка с помощью ультразвука. 2 н. и 4 з.п. ф-лы, 4 ил.



Фиг. 3

RU 2 4 6 6 3 8 4 C 2

RU 2 4 6 6 3 8 4 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G01N 23/20 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2010149001/28, 01.12.2010**

(24) Effective date for property rights:
01.12.2010

Priority:

(22) Date of filing: **01.12.2010**

(43) Application published: **10.06.2012 Bull. 16**

(45) Date of publication: **10.11.2012 Bull. 31**

Mail address:

**119333, Moskva, Leninskij pr-kt, 59, Uchrezhdenie
Rossijskoj akademii nauk Institut kristallografii
im. A.V. Shubnikova RAN**

(72) Inventor(s):

**Koval'chuk Mikhail Valentinovich (RU),
Blagov Aleksandr Evgen'evich (RU),
Pisarevskij Jurij Vladimirovich (RU),
Dekapol'tsev Maksim Valer'evich (RU),
Prosekov Pavel Andreevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut
kristallografii im. A.V. Shubnikova RAN (RU)**

(54) **METHOD AND APPARATUS FOR RECORDING DIFFRACTION REFLECTION CURVES**

(57) Abstract:

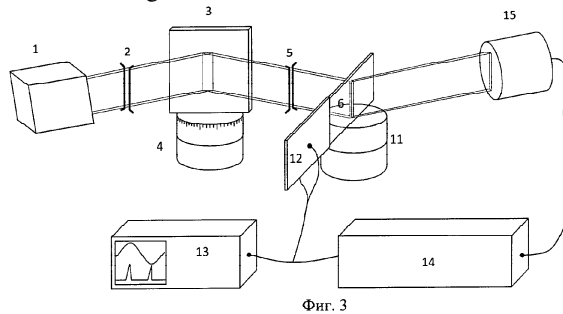
FIELD: physics.

SUBSTANCE: beam of X-ray radiation of a given range is directed onto an analysed crystal and intensity of X-ray radiation diffracted in the analysed crystal is determined using a detector, with successive measurement of parameters of diffraction conditions of the picked up X-ray reflection, wherein parameters of diffraction conditions are varied by modulating the interplanar distance of the picked up X-ray reflection through ultrasonic radiation.

EFFECT: possibility of recording diffraction

reflection curves by controlling parameters of an X-ray beam using ultrasound.

6 cl, 4 dwg



RU 2 466 384 C2

RU 2 466 384 C2

Предлагаемая группа изобретений относится к области рентгенодифракционных методов и может быть использована для неразрушающего контроля совершенства кристаллов и пленок путем регистрации кривых дифракционного отражения.

5 Известен способ регистрации кривых дифракционного отражения, заключающийся в том, что рентгеновское излучение заданного диапазона направляют на исследуемый кристалл, а интенсивность рентгеновского излучения, подвергшегося дифракции в исследуемом кристалле, определяют с помощью детектора при последовательном изменении параметров условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса
10 (Патент США US 6,385,289 B1, "X-ray diffraction apparatus and method for measuring X-ray rocking curves», МПК G01N 13/00, опубликован 07 мая 2002 г.).

Недостатком известного способа является необходимость обеспечения механического углового перемещения исследуемого кристалла, которое должно производиться с высокой точностью, а следовательно, требует применения
15 дорогостоящего оборудования.

Задачей предлагаемого способа является устранение недостатка известного способа.

Техническим результатом является создание способа регистрации кривых дифракционного отражения путем управления параметрами рентгеновского пучка с
20 помощью ультразвука.

Поставленная техническая задача и результат достигаются тем, что в способе регистрации кривых дифракционного отражения, заключающемся в том, что пучок рентгеновского излучения заданного диапазона направляют на исследуемый кристалл, а интенсивность рентгеновского излучения, подвергшегося дифракции в
25 исследуемом кристалле, определяют с помощью детектора при последовательном изменении параметров условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса, параметры условий дифракции изменяют модуляцией межплоскостного расстояния снимаемого рентгеновского рефлекса посредством ультразвукового излучения. Для реализации способа применяют ультразвуковое излучение, длина волны которого, по
30 крайней мере, в три раза больше ширины рентгеновского пучка, который направляют на исследуемый кристалл.

Известно устройство для регистрации кривых дифракционного отражения, содержащее расположенные последовательно источник рентгеновского излучения,
35 устройство формирования параметров рентгеновского пучка, содержащее первую щелевую диафрагму, кристалл-монокроматор, закрепленный на кристаллодержателе, и вторую щелевую диафрагму, держатель исследуемого образца, детектор и устройство сканирования условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса,
40 определяемых соотношением угла падения рентгеновского пучка, межплоскостного расстояния и длины волны излучения (Патент США US 6,385,289 B1, "X-ray diffraction apparatus and method for measuring X-ray rocking curves», МПК G01N 13/00, опубликован 07 мая 2002 г.).

Недостатком известного устройства является его конструктивная сложность и
45 недостаточная надежность.

Задачей предлагаемого изобретения является создание устройства, обеспечивающего надежную и точную регистрацию кривых дифракционного отражения.

50 Техническим результатом является устройство, в котором отсутствует система механического углового перемещения исследуемого кристалла.

Поставленные техническая задача и результат достигаются тем, что в устройстве для регистрации кривых дифракционного отражения, содержащем расположенные

последовательно источник рентгеновского излучения, устройство формирования параметров рентгеновского пучка, которое содержит первую щелевую диафрагму, кристалл-монокроматор, закрепленный на кристаллодержателе, и вторую щелевую диафрагму, держатель исследуемого образца, детектор и устройство сканирования
5 условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса, определяемых соотношением угла падения рентгеновского пучка, межплоскостного расстояния и длины волны излучения, устройство сканирования условий дифракции выполнено в виде электроакустического резонатора. Названный резонатор акустически связан с
10 исследуемым образцом, размещенным на держателе исследуемого образца, электроакустический резонатор электрически связан с генератором электрических колебаний и блоком стробоскопической регистрации, причем названный блок также подключен к детектору. В качестве источника рентгеновского излучения может быть использован источник с диапазоном излучения волн длиной 0,1-10 Å.

15 Электроакустический резонатор может содержать акустически соединенные электроакустический преобразователь и кристалл монокроматор, причем в качестве кристалла монокроматора возможно применение кварца.

Сущность предлагаемой группы изобретений поясняется схемами и диаграммами,
20 представленными на фигурах:

на фиг.1 - схема известного устройства, которое принято за прототип;

на фиг.2 - кривая дифракционного отражения, полученная известным способом;

на фиг.3 - схема предлагаемого устройства;

на фиг.4 - кривая дифракционного отражения, полученная предлагаемым способом.

25 Известное устройство содержит источник рентгеновского излучения 1, диафрагму 2, устройство для монохроматизации рентгеновского излучения - кристалл-монокроматор 3, кристаллодержатель 4, диафрагму 5, исследуемый кристалл 6, который может занимать позиции ба и бб при повороте кристаллодержателя 7,
30 прецизионный гониометр 8, шаговый двигатель 9 и детектор 10.

В устройстве реализуют следующий способ. Пучок рентгеновского излучения от источника 1 направляют на устройство формирования параметров рентгеновского пучка, состоящее из щелевой диафрагмы 2, кристалла-монокроматора 3, закрепленного на кристаллодержателе 4, и второй щелевой диафрагмы 5. Из
35 названной диафрагмы выходит излучение, ограниченное узким спектральным и угловым интервалом. Это излучение падает на исследуемый кристалл 6, установленный в положение дифракции по Брэггу ба (отражение) или в положение дифракции по Лауэ бб (прохождение) в кристаллодержателе 7 на прецизионном
40 гониометре 8, вращаемом электродвигателем 9. При повороте кристалла 6 вблизи угла Брэгга для снимаемого рентгеновского рефлекса интенсивность сигнала, фиксируемого детектором 10, имеет колоколообразную форму, ширина, форма, а также коэффициент дифракционного отражения, которой определяются степенью совершенства кристалла.

45 Пример кривой дифракционного отражения (КДО), полученной известным способом, приведен на фиг.2. Кривая снята на устройстве, в котором гониометр поворачивался шаговым двигателем и был применен двухкристальный спектрометр. Первый кристалл - пластина кремния - отражение 110. Вторым кристаллом - кристалл германия в геометрии Лауэ - отражение 110. Полуширина КДО 3,8 секунд.

50 Недостатком устройства и реализуемого в нем способа является необходимость обеспечения механического углового перемещения исследуемого кристалла для регистрации КДО.

Данный недостаток отсутствует в предлагаемом устройстве, поскольку регистрация КДО достигается возбуждением в исследуемом кристалле длинноволновых ультразвуковых колебаний, которые периодически изменяют значение параметра решетки, с последующим перемещением стробоскопически выделенного временного интервала детектирования. В результате применения ультразвука появляется возможность отказаться от использования механического углового перемещения исследуемого кристалла. Отказ от узлов, в которых используются движущиеся элементы, позволяет увеличить надежность всего устройства в целом.

Предлагаемое устройство (фиг.3) содержит последовательно расположенные источник рентгеновского излучения 1 и устройство формирования параметров рентгеновского пучка, состоящее из щелевой диафрагмы 2, кристалла-монохроматора 3, закрепленного на кристаллодержателе 4, и второй щелевой диафрагмы 5. Исследуемый кристалл 6 устанавливают на держателе 11. Кристалл 6 акустически связан с электроакустическим резонатором 12. Последний электрически связан с генератором электрических колебаний 13 и блоком стробоскопической регистрации 14, который электрически подключен к детектору 15.

Устройство, позволяющее определить КДО по предлагаемому способу, функционирует следующим образом. Пучок рентгеновского излучения, длина волны которого находится в диапазоне от 0,1 до 1,0 ангстрем, направляют от источника 1 на диафрагму 2, которая обеспечивает сужение пучка излучения с целью получения параллельного пучка вместо расходящегося. Суженный пучок падает на кристалл монохроматора 3, который отражает его в сторону второй диафрагмы 5, обеспечивающей получение излучения, ограниченного узким спектральным и угловым интервалом. Это излучение падает на исследуемый кристалл 6, смонтированный на держателе 11. В исследуемом кристалле 6 с помощью электроакустического резонатора 12 и генератора электромагнитных сигналов 13 возбуждают стоячую ультразвуковую волну. Блок стробоскопической регистрации 14 обеспечивает выделение и регулировку определенной фазы колебаний, что в свою очередь позволяет регистрировать с помощью детектора 15 кривую дифракционного отражения снимаемого рентгеновского рефлекса без механического поворота кристалла.

При функционировании устройства на электроакустический резонатор 12 от генератора электромагнитных сигналов 13 подают сигнал, соответствующий резонансной частоте f названного резонатора, состоящего из рентгеноакустического анализатора и пьезоэлектрического преобразователя. Последний создает ультразвуковое излучение, длина волны которого по крайней мере в три раза больше ширины рентгеновского пучка, который направляют на исследуемый кристалл.

При этом в исследуемом кристалле 6 можно создать однородную в пространстве и переменную во времени деформацию, которая приводит к модуляции на частоте f параметра кристаллической решетки. Блок стробоскопической регистрации 14 позволяет зарегистрировать на детекторе 15 определенный участок КДО снимаемого рентгеновского рефлекса, причем интервал выбранного участка устанавливается много меньший, чем полуширина кривой дифракционного отражения.

На фиг.4 приведена экспериментальная кривая дифракционного отражения, снятая для той же пары «измеряемый кристалл - кристалл монохроматор» и одной и той же освещаемой области, что и для эксперимента, результаты которого представлены на фиг.2.

При этом кристалл оставался неподвижным, а изменялась выделяемая

стробоскопическим устройством фаза ультразвуковой волны. Каждой фазе соответствуют определенное значение амплитуды ультразвуковой деформации, которое в свою очередь соответствуют своему значению межплоскостного расстояния. Вследствие этого перестройка фазы ультразвуковой волны вносит такое же изменение в выполнение условия Брэгга, как и поворот кристалла. Шаг по фазе $0,02 \times T$ (T - период ультразвуковых колебаний), что соответствует $0,6$ угл. сек при регистрации стандартным способом - механическим поворотом. Полуширина КДО составляет $2,7$ сек.

Сравнение кривых, полученных известным (Фиг.2) и предлагаемым (Фиг.4) способами, показывает, что ультразвук не вносит никаких искажений. При этом точность снятия КДО немеханическим способом может быть легко увеличена, тогда как дробление шагов в механическом гониометре не ведет автоматически к повышению точности.

Предлагаемый способ позволяет адаптировать простые рентгеновские гониометры, не оснащенные точными гониометрами, для снятия КДО. Он также эффективен при проведении исследований объектов, чувствительных к механическим воздействиям. Приведенные аргументы подтверждают промышленную применимость предлагаемого способа и устройства для регистрации кривых дифракционного отражения.

Формула изобретения

1. Устройство для регистрации кривых дифракционного отражения, содержащее расположенные последовательно источник рентгеновского излучения, устройство формирования параметров рентгеновского пучка, содержащее первую щелевую диафрагму, кристалл-монокроматор, закрепленный на кристаллодержателе, вторую щелевую диафрагму, держатель исследуемого образца, детектор и устройство сканирования условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса, определяемых соотношением угла падения рентгеновского пучка, межплоскостного расстояния и длины волны излучения, отличающееся тем, что устройство сканирования условий дифракции выполнено в виде электроакустического резонатора, который акустически связан с исследуемым образцом, размещенным на держателе исследуемого образца, электроакустический резонатор электрически связан с генератором электрических колебаний и блоком стробоскопической регистрации, причем названный блок также подключен к детектору.

2. Устройство по п.1, отличающееся тем, что в качестве источника рентгеновского излучения используют источник с диапазоном излучения волн длиной $0,1-10 \text{ \AA}$.

3. Устройство по п.1, отличающееся тем, что электроакустический резонатор содержит акустически соединенные электроакустический преобразователь и кристалл-монокроматор.

4. Устройство по п.3, отличающееся тем, что кристалл-монокроматор электроакустического преобразователя - кварц.

5. Способ регистрации кривых дифракционного отражения, заключающийся в том, что пучок рентгеновского излучения заданного диапазона направляют на исследуемый кристалл, а интенсивность рентгеновского излучения, подвергшегося дифракции в исследуемом кристалле, определяют с помощью детектора при последовательном изменении параметров условий дифракции снимаемого рентгеновского рефлекса, отличающийся тем, что параметры условий дифракции изменяют модуляцией межплоскостного расстояния снимаемого рентгеновского

рефлекса посредством ультразвукового излучения.

6. Способ по п.5, отличающийся тем, что применяют ультразвуковое излучение, длина волны которого, по крайней мере, в три раза больше ширины рентгеновского пучка, который направляют на исследуемый кристалл.

5

10

15

20

25

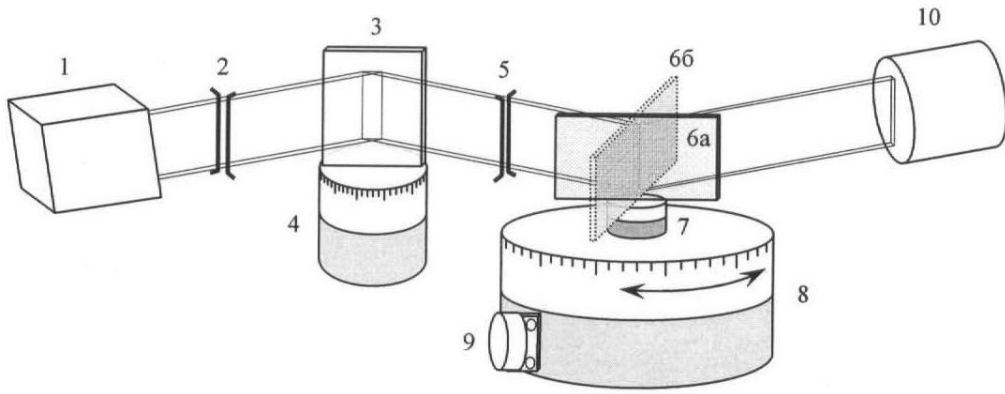
30

35

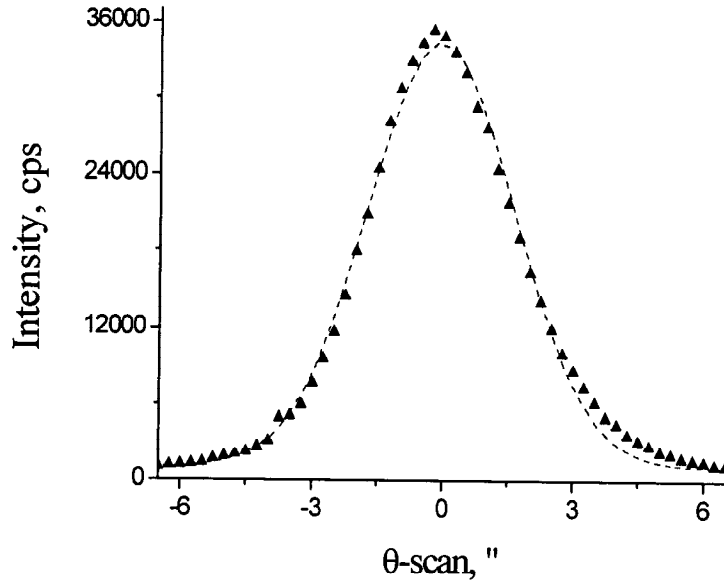
40

45

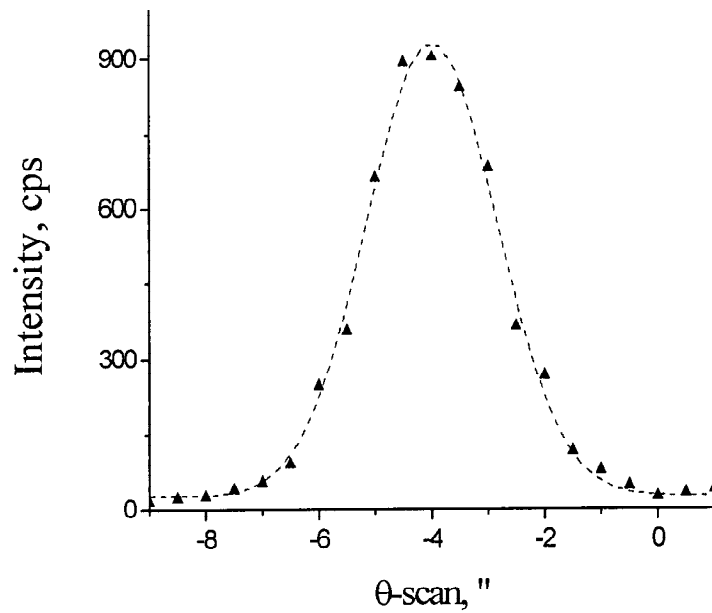
50



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 4