

Золотов Денис Александрович

**АБСОРБЦИОННАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ И
ТОПО-ТОМОГРАФИЯ СЛАБОПОГЛОЩАЮЩИХ
КРИСТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛАБОРАТОРНЫХ
РЕНТГЕНОВСКИХ ИСТОЧНИКОВ**

Специальность 01.04.18 – «Кристаллография, физика кристаллов »

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Москва 2011

Работа выполнена в Учреждении Российской академии наук Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН

Научный руководитель: Доктор физико-математических наук
Асадчиков Виктор Евгеньевич

Официальные оппоненты: Доктор физико-математических наук,
профессор
Хейкер Даниэль Моисеевич

Доктор физико-математических наук,
профессор
Ткаль Валерий Алексеевич

Ведущая организация: Национальный исследовательский
технологический университет «Московский
институт стали и сплавов»

Защита состоится «___» _____ 2011 г. в ____ часов на заседании диссертационного совета Д 002.114.01 при Учреждении Российской академии наук Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, по адресу: 119333, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 59.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИК РАН.

Автореферат разослан « 27 » мая 2011 года.

Учёный секретарь
диссертационного совета Д 002.114.01
кандидат физико-математических наук

Каневский В.М.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Бурный прогресс в современной микро- и нанoeлектронике в значительной степени обусловлен внедрением в полупроводниковое производство монокристаллических материалов высокой степени совершенства. Известно, в частности, что дислокации, границы зерен и блоков уменьшают подвижность носителей и сокращают время их жизни. Эти дефекты структуры являются как причиной брака, так и ухудшения параметров и характеристик изделий микроэлектроники. В связи с этим одной из важнейших задач структурных исследований монокристаллов вообще и в особенности полупроводников остаётся как можно более полное выявление дефектности их структуры и определение ее физической природы. Уже по одной этой причине развитие методов неразрушающего исследования внутренней структуры кристаллических объектов с все более высоким разрешением является весьма актуальным.

В настоящее время получение только лишь двумерных отображений внутренней структуры объектов уже не удовлетворяет исследователей. Во многих случаях требуется получить трехмерную модель объекта, описывающую не только распределение плотности (или рентгенооптической плотности) внутри исследуемого образца, но и примеси, дефекты, включения и т.д. Это возможно, если воспользоваться техникой компьютерной томографии. Данный метод, как будет показано далее, прост в реализации, обладает высокой надёжностью, чувствительностью и является к тому же неразрушающим и прямым.

В последние годы большая часть исследований по этой тематике и разработка соответствующих методик проводятся с использованием синхротронного излучения. Это, безусловно, обеспечивает выигрыш во времени и качестве при проведении измерений, но повышает их стоимость и время принятия соответствующих технологических решений.

С учетом этих обстоятельств, чрезвычайно актуальным становится обоснование возможности применения лабораторных рентгеновских источников для получения 3-D распределения плотности и дефектов в кристаллах.

Цель работы.

Развитие методов рентгеновской микротомографии и топо-томографии с высоким пространственным разрешением, направленных на определение

пространственной структуры кристаллических и некристаллических материалов с использованием лабораторных рентгеновских источников.

Научная новизна работы.

1. Впервые показана возможность реализации метода рентгеновской топо-томографии на лабораторном источнике.
2. Впервые показана возможность применения алгебраического метода реконструкции SART (Simultaneous Algebraic Reconstruction Technique) для случая параллельного пучка с учетом наклона оси вращения для обработки топо-томографического эксперимента.
3. Проведено восстановление трехмерного распределения дефектной кристаллической структуры синтетического кристалла фторида лития с разрешением ~ 20 мкм.
4. Методом рентгеновской томографии и топо-томографии впервые исследована структура природных алмазов с разрешением 1-20 мкм.
5. Исследована пространственная структура биологических объектов: зерен ячменного солода, а также опорно-двигательного аппарата гекконов в норме и в условиях микрогравитации.

Практическая значимость работы.

Автором проведено методическое развитие метода рентгеновской томографии с использованием лабораторных источников рентгеновского излучения. В процессе ее выполнения была создана лабораторная рентгеновская установка, позволяющая проводить исследования кристаллов, как методом традиционной абсорбционной томографии, так и методом топо-томографии. Важной особенностью данной установки является возможность увеличения рентгеновских изображений, причем в качестве увеличивающих рентгенооптических элементов используются асимметрично срезанные совершенные кристаллы. В ходе выполнения работы названными выше методами исследованы кристаллы природных алмазов и синтетические кристаллы фторида лития. Построено трехмерное распределение микровключений и дефектов структуры для названных образцов с разрешением на уровне от одного микрона до нескольких десятков микрон. Продемонстрированы возможности метода для

неразрушающего контроля изделий микроэлектроники с тем же пространственным разрешением.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Создание лабораторного рентгеновского микротомографа, позволяющего исследовать как некристаллические (органические) объекты, так и слабопоглощающие кристаллы с разрешением до 1 мкм. Это разрешение достигается путем применения пары асимметрично срезанных отражающих монокристаллов.
2. Реализация метода рентгеновской топо-томографии на лабораторном источнике.
3. Возможность применения алгебраического метода реконструкции SART для случая параллельного пучка с учетом наклона оси вращения для обработки топо-томографического эксперимента.
4. Результаты восстановления внутренней трехмерной структуры ряда слабопоглощающих кристаллов и биологических объектов.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на: молодежном конкурсе научных работ ИК РАН в 2007 году; Шестой национальной конференции по применению Рентгеновского, Синхротронного излучений, Нейтронов и Электронов для исследования материалов (РСНЭ-2007), Москва, 12-17 ноября 2007 г.; Workshop X-ray micro and nanoprobes: instruments, methodologies and applications, (XNMP-2007), Erice, Italy, 2007; Ежегодной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, 19-29 февраля 2008 г.; High European Research Course of Users of Large Experimental Systems (HERCULES-2008), Grenoble, France, 17 February-21 March 2008; 9th International Conference on X-Ray Microscopy (XRM-08), Zurich, Switzerland, 2008; Второй международной молодёжной научной школе-семинаре «Современные методы анализа дифракционных данных (дифракционные методы для нанотехнологии)», Великий Новгород, 1-5 сентября 2008 г.; Ежегодной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ 24 февраля - 5 марта 2009 г.; Седьмой национальной конференции по применению Рентгеновского, Синхротронного излучений, Нейтронов и Электронов для исследования наносистем и материалов Нано-Био-Инфо-Когнитивные

технологии (РСНЭ-НБИК 2009), Москва, 16-21 ноября 2009 г.; Ежегодной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, 17 февраля - 1 марта 2010 г.; 10th European Conference on Non-Destructive Testing. Moscow, June 7-11 2010 (ECNDT); Рабочем совещании «Рентгеновская оптика - 2010». ИПТМ РАН, г. Черноголовка. 20 - 23 сентября 2010 г.

Публикации. Результаты диссертации опубликованы в 20 работах соискателя, список которых приведен в конце автореферата. Статьи [1-3] опубликованы в изданиях, входящих в утвержденный ВАК перечень ведущих рецензируемых научных изданий.

Личный вклад автора в подготовке и проведении всех рентгеновских экспериментов был решающим. Идеология конструкции нового рентгеновского микротомографа разработана автором. Создание описанной в диссертации экспериментальной установки стало возможным в результате выполненных автором работ по повышению механической точности вращающихся частей микротомографа. Основные результаты, изложенные в тексте диссертации, получены соискателем лично или при его непосредственном участии. Автором разработана часть программ для обработки результатов рентгеновского томографического эксперимента.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы из 105 наименований. Объем диссертации составляет 132 страниц текста, включая 73 рисунка и 3 таблицы.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приводится обоснование актуальности темы диссертационной работы, содержится постановка целей исследования, кратко изложены основные результаты.

Глава 1 посвящена литературному обзору методов визуализации дефектов в кристаллических структурах. Данная глава состоит из четырех разделов.

В разделе 1.1. приведено описание метода рентгеновской абсорбционной микротомографии. Рассматриваются используемые детекторы на основе ПЗС – матриц и дается краткое описание принципов их работы. Также приведены основные схемы микротомографических экспериментов с применением различных

рентгенооптических элементов. Описаны характеристики этих элементов. Раздел 1.2. содержит описание наиболее распространенных алгоритмов, используемых при решении задач микротомографии. Раздел 1.3. посвящен рассмотрению схем рентгеновской топографии при исследовании дефектов в структуре кристаллических материалов, основанных на явлении дифракции рентгеновских лучей. В разделе 1.4. приводится описание метода топо-томографии, активно развиваемого в последние годы в связи с исследованиями пространственной структуры кристаллических материалов. Этот метод, по сути, представляет комбинацию рентгеновской топографии и микротомографии и позволяет получать трехмерное распределение дефектов в объеме кристаллов по дифракционным данным.

В конце главы 1 делаются выводы о необходимости развития методов рентгеновской абсорбционной микротомографии и топо-томографии в лабораторных условиях.

Глава 2 посвящена развитию экспериментальной и теоретической базы томографических экспериментов, включая создание лабораторных экспериментальных установок для микротомографии и топо-томографии с пространственным разрешением на уровне от одного микрона до нескольких десятков микрон, а также разработку алгоритмов для восстановления трехмерной внутренней структуры. Глава состоит из 5 разделов.

В первом разделе обоснован выбор длины волны рентгеновского излучения для проведения томографических исследований объектов, различающихся по элементному составу, плотности и геометрическим размерам. Для исследования объектов, линейные размеры которых составляют 0.01-10 мм, разумно выбирать такой диапазон излучения, чтобы длина ослабления соответствовала по порядку величины линейным размерам исследуемого объекта. При этом излучение заметно ослабляется в объекте, делая его изображение на экране достаточно контрастным. С другой стороны, в этом случае интенсивность прошедшего через образец сигнала такова, что позволяет за разумное время измерений (общая длительность эксперимента порядка 3 часов) обеспечить хорошее соотношение сигнал-шум (на уровне 10).

Важно, что лабораторные рентгеновские источники позволяют исследовать не только биообъекты, но и кристаллы, например, объекты микроэлектроники. На рис. 1 представлена полученная автором зависимость, позволяющая выбрать длину волны рентгеновского излучения для исследования кристаллических объектов с размерами от 0.1 до 100 мм. Этот график построен в предположении, что объект ослабляет рентгеновское излучение в 100 раз и изображение может быть зафиксировано ПЗС детектором.

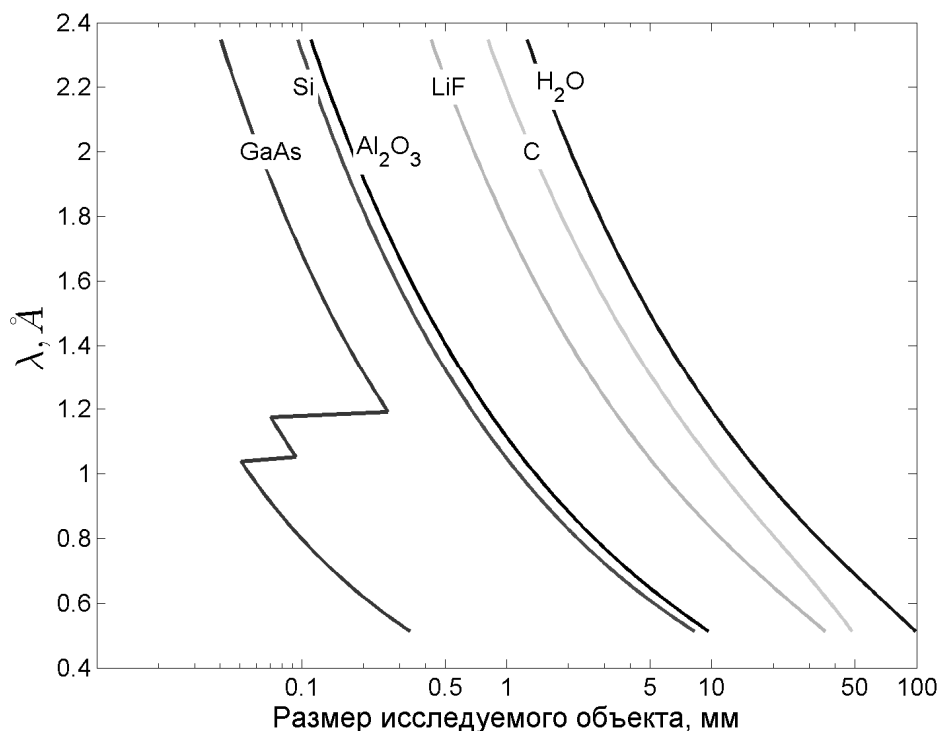


Рис. 1. Выбор оптимальной длины волны рентгеновского излучения в зависимости от материала и размера исследуемого объекта.

Представленные зависимости показывают, что для выполнения поставленных нами условий при исследовании слабопоглощающих кристаллических объектов нужно выбирать рабочий диапазон длин волн 0.5-1.5 Å. В лабораторных условиях наиболее подходящими источниками для проведения экспериментов в этом диапазоне являются рентгеновские трубки с анодом из меди ($\text{Cu}_{K\alpha}=1.54 \text{ \AA}$). Для исследования объектов, размер которых составляет несколько сантиметров, а так же объектов из кремния и других материалов с большим коэффициентом поглощения, необходимо выбирать более коротковолновые источники, например трубку с молибденовым ($\text{Mo}_{K\alpha}=0.71 \text{ \AA}$) или серебряным анодом ($\text{Ag}_{K\alpha}=0.56 \text{ \AA}$).

В разделе 2.2. приведено описание рентгеновского микротомографа, сконструированного автором на базе дифрактометра Амур-1, с использованием двумерного детектора – ПЗС-матрицы (рис. 2.). ПЗС-матрица позволяет достичь разрешения ~ 10 мкм.

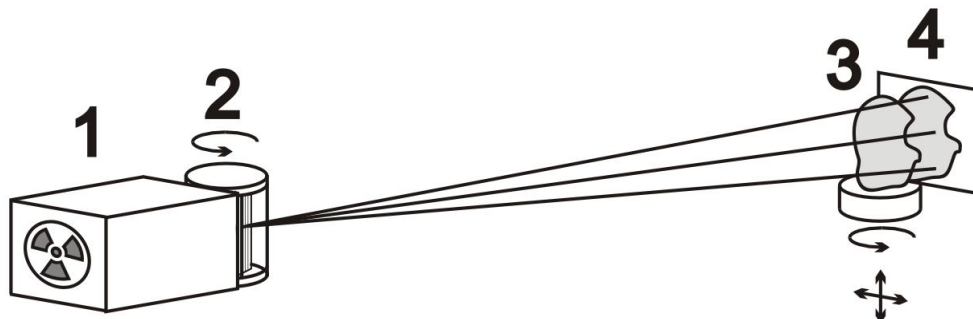


Рис. 2. Схема лабораторного микротомографа. 1 – рентгеновская трубка, 2 – блок кристалла-монокроматора, 3 – исследуемый объект на гониометрическом столике, 4 – ПЗС-детектор.

Основным достоинством данного микротомографа является использование в его конструкции кристалла-монокроматора (рис. 2, позиция 2), что дает возможность получить количественное значение величины линейного коэффициента поглощения μ в исследуемых образцах.

В разделе 2.3. описывается созданный лабораторный микротомограф с использованием асимметрично срезанных кристаллов-монокроматоров Si (220). С их помощью можно расширить пучок (при выполнении для падающего пучка условия Брэгга), существенно уменьшив при этом его угловую расходимость. Такой монокроматор представляет собой совершенный монокристалл, поверхность которого срезана под некоторым углом α к отражающим плоскостям.

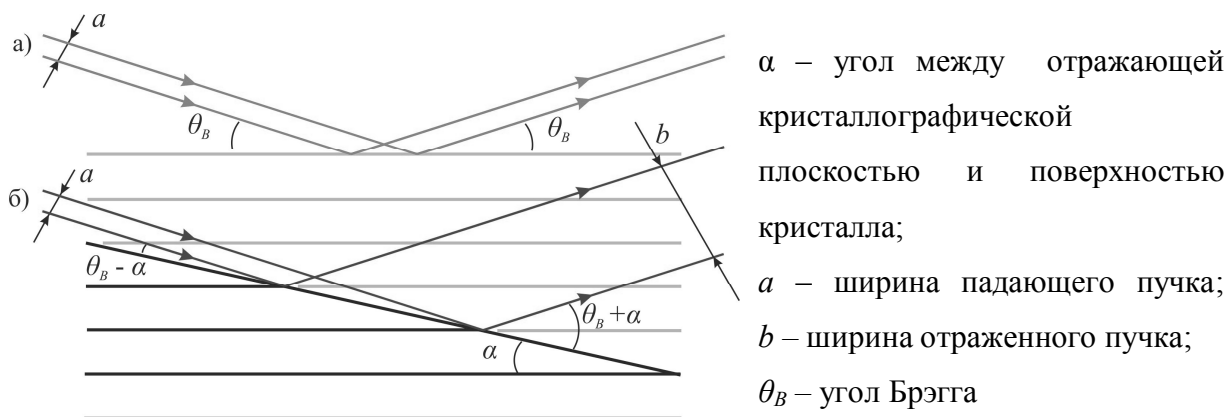


Рис. 3. Формирование отражения от кристалла: а) симметричный случай;
 б) асимметричный случай

В подразделе 2.3.1. показано, что использование в качестве увеличивающих элементов асимметрично срезанных кристаллов-монокроматоров позволяет получать реконструкции внутренней структуры объекта с разрешением 1-2 мкм при поле зрения до 1 мм. Это подтверждено при исследовании в качестве тестового образца металлической сетки с калиброванным периодом.

Для проведения томографических исследований собрана рентгенооптическая схема с 20-кратным увеличением на излучении $\text{Cu}_{K\alpha}=1.54 \text{ \AA}$ (рис. 4). Показано, что основным фактором, ограничивающим разрешение, является рассеяния излучения на пути от объекта до детектора по аналогии с дифракцией от щели в геометрической оптике.

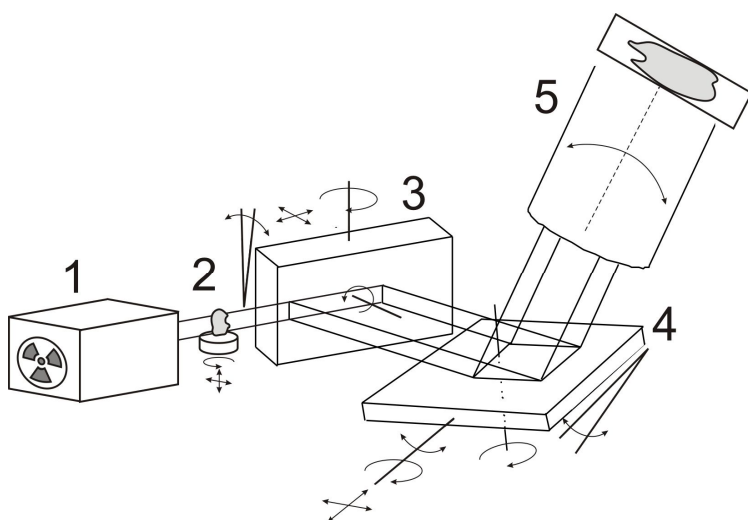


Рис. 4.

Схема экспериментальной установки:

- 1 – источник,
- 2 – исследуемый объект на гониометрическом столике
- 3, 4 – асимметрично срезанные кристаллы-монокроматоры,
- 5 – ПЗС-детектор

В разделе 2.4. описан микротомограф, модифицированный автором с целью использования метода топо-томографии в лабораторных условиях. Схема этого прибора представлена на рис.5.

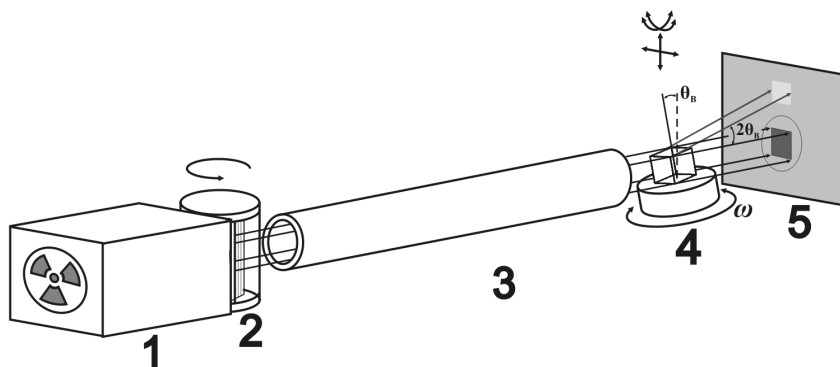


Рис. 5. Схема экспериментальной установки для топо-томографии. 1 – источник рентгеновского излучения; 2 – блок кристалла-монокроматора; 3 – коллиматор; 4- образец, закрепленный на гониометре; 5 – ПЗС-детектор.

Отличительной особенностью метода топо-томографии является обеспечение наклона оси вращения кристаллического образца по отношению к падающему рентгеновскому пучку на соответствующий угол Брэгга θ_B . Для решения автор использовал в конструкции прибора гониометр, удовлетворяющий этому условию, с точностью поворота ~ 10 угловых секунд. Прецизионная юстировка оси вращения исследуемого объекта для выполнения условий Брэгга во всем интервале углов поворота осуществляется с использованием гониометрической головки. При этом можно добиться, что, кроме традиционных двумерных картин поглощения, одновременно будет регистрироваться и Брэгговское отражение от соответствующей кристаллографической плоскости. По набору топограмм с помощью известных в абсорбционной томографии методов можно получать дополнительную информацию о трехмерном распределении дефектов кристаллической структуры.

В разделе 2.5 приводится описание математических алгоритмов реконструкции (свертки и обратных проекций, а также алгебраических подходов), используемых для обработки полученных экспериментальных данных. При рассмотрении процедуры восстановления с учетом дифракции и наклона оси вращения особое внимание уделяется модификации алгебраического метода SART. В модели учтено, что эти данные являются изображениями кристалла от виртуального источника, лучи от которого смещены на двойной угол Брэгга от реального источника. Показано, что поправка на восстанавливаемый объем для n итераций будет иметь вид:

$$X_{n+1}^\varphi = X_n^\varphi - \hat{R}_x(-\theta_B)\hat{R}_z(-\varphi)\Delta X_n^\varphi, \quad \Delta X_n^\varphi = X_n^\varphi - \lambda \Delta p \quad (1.1)$$

где, φ – угол поворота гониометра; θ_B – угол Брэгга; \hat{R}_x, \hat{R}_z – матрицы поворота относительно осей x и z ; X_n^φ – объем, повернутый на φ и θ_B ; Δp – невязка модели и эксперимента; λ – релаксационный фактор, обычно выбираемый из интервала $(0, 1]$.

Подраздел 2.5.3. посвящен решению задачи, связанной с нахождением неизвестного угла наклона оси вращения гониометра относительно столбцов рентгеночувствительных элементов детектора. Автор опробовал и применил несколько подходов для решения этой задачи.

Первая методика основывается на том, что в процессе вращения каждая точка объекта опишет некоторый эллипс на детекторе. Угол наклона оси этого эллипса относительно детектора и определяет искомую величину. В качестве такой точки объекта удобно выбрать центр масс теневой проекции:

$$r_0 = \frac{\int \mu(\bar{r}) \cdot \bar{r} dr}{\int \mu(\bar{r}) dr}, \quad (1.2)$$

где r_0 – координата центра масс; $\mu(\bar{r})$ – исследуемая функция образца (в данном случае распределение величины коэффициента поглощения μ в объеме объекта), \bar{r} – радиус-вектор.

Используя аппроксимацию вида:

$$\begin{aligned} x_c &= a \sin(wx + \phi) + a_0 \\ y_c &= b \sin(wy + \theta) + b_0 \end{aligned} \quad (1.3)$$

где x_c, y_c – искомые функции аппроксимации; a, b – амплитуды; w – частота; ϕ, θ – фазы.

автором аналитически была выведена формула расчета неизвестного угла наклона α :

$$\alpha = \arctg \left[\frac{b \sin(wt^* + \phi)}{a \sin(wt^* + \theta)} \right], \quad t^* = \frac{1}{2w} \cdot \arctg \left[\frac{-\frac{a^2}{b^2} \cdot \sin(2\phi) - \sin(2\theta)}{\frac{a^2}{b^2} \cdot \cos(2\phi) + \cos(2\theta)} \right] \quad (1.4)$$

Следует отметить, что высокая чувствительность этой методики позволила выявить и устранить механические биения оси гониометра, что в свою очередь повлияло на качество реконструкции.

Вторая методика решения поставленной задачи предполагает использование только двух проекций (1-ая и 180-ая соответственно). Автором разработан алгоритм их совмещения с целью нахождения неизвестного угла α .

Отметим, что создание рентгеновских микротомографов с увеличивающимися рентгенооптическими элементами на базе асимметрично срезанных отражающих монокристаллов стало возможным лишь после выполнения описанных работ по повышению механической точности вращающихся частей микротомографа.

Глава 3 диссертационной работы посвящена экспериментальным результатам по рентгеновской микротомографии и топо-томографии. Глава состоит из трех основных разделов.

В подразделе 3.1. автором проведены томографические исследования природных волокнистых алмазов с размерами 2-5 мм. Эти кристаллы представляют особый интерес вследствие уникального состава микровключений обогащенных двуокисью углерода, водой, карбонатами, силикатами или хлоридами. На рис. 6. показано, что в волокнистых кристаллах присутствуют большие (десятки микрон) гетерогенные минеральные включения. Эти включения несут ценную информацию об условиях роста кристаллов. Обнаружена значительная неоднородность пространственного распределения микровключений по объему кристаллов, что указывает на переменную скорость роста кристаллов и/или изменения химического состава ростовой среды.

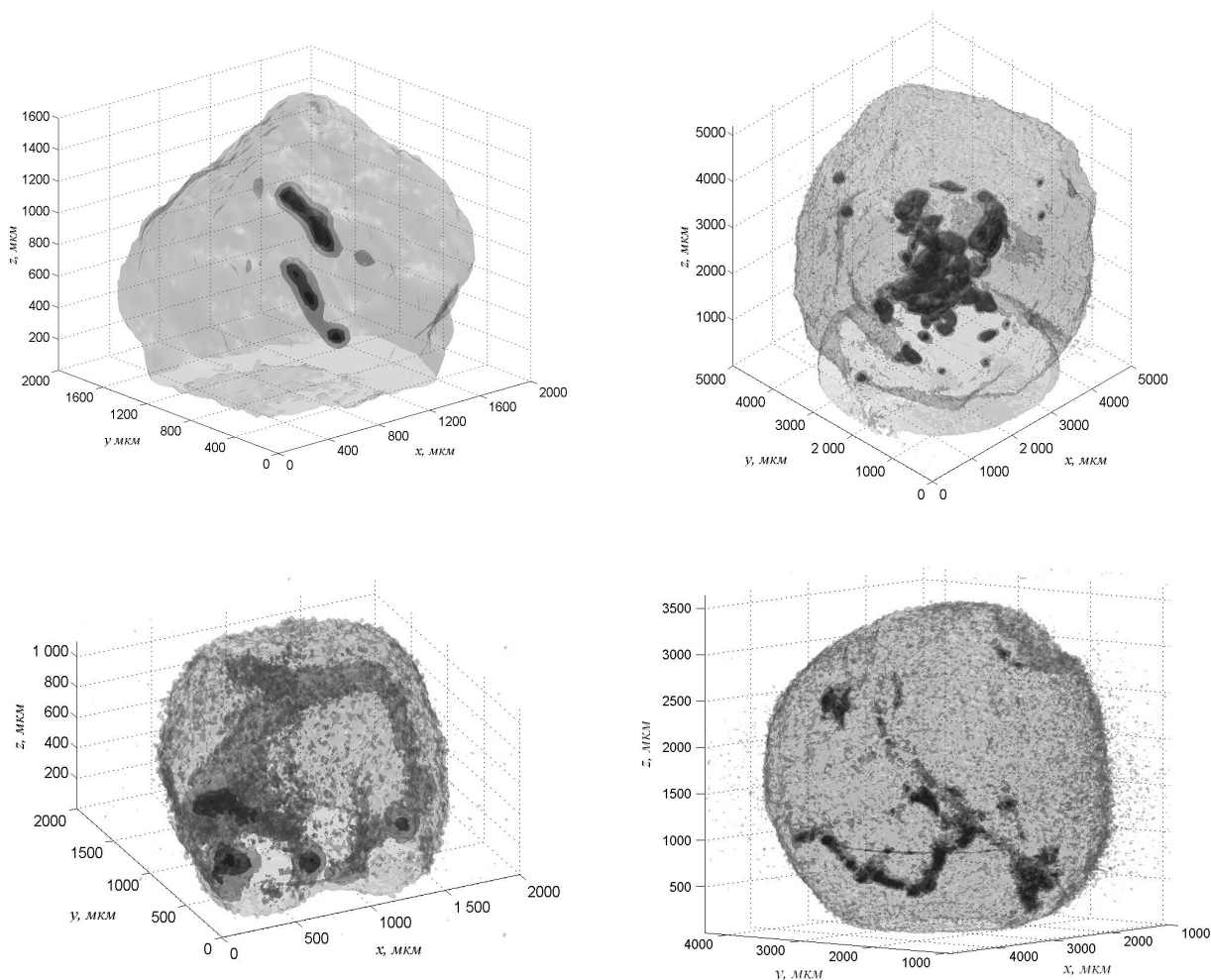


Рис. 6. Реконструкции природных волокнистых алмазов. Темные области описывают гетерогенные микровключения.

В разделе 3.2. представлены результаты экспериментов с микронным разрешением. Исследован образец природного алмаза карбонадо (поликристаллическая разновидность алмаза чёрного цвета) с характерными размерами не более 1 мм (рис. 7.). Показано, что внутри образца присутствуют включения размером > 50 мкм и плотность в несколько раз выше, чем у алмазной матрицы.

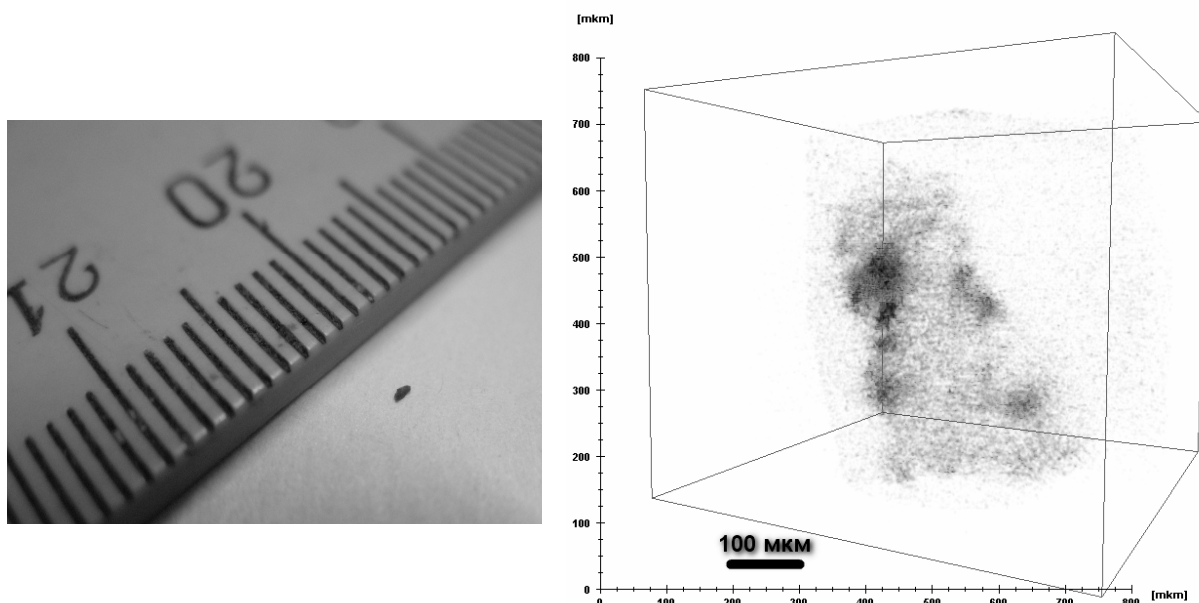


Рис. 7. Алмаз карбонадо. Слева - фотография; справа - восстановленная трехмерная структура с разрешением ~ 1 мкм. Видны включения повышенной плотности.

Раздел 3.3. посвящен экспериментам по топо-томографии в лабораторных условиях. На примере синтетического кристалла LiF кубической формы с характерными размерами 3 мм и кристаллографической ориентацией (200) получены реконструкции трехмерной структуры в как в прямом, так и в дифрагированном пучках (рис. 8).

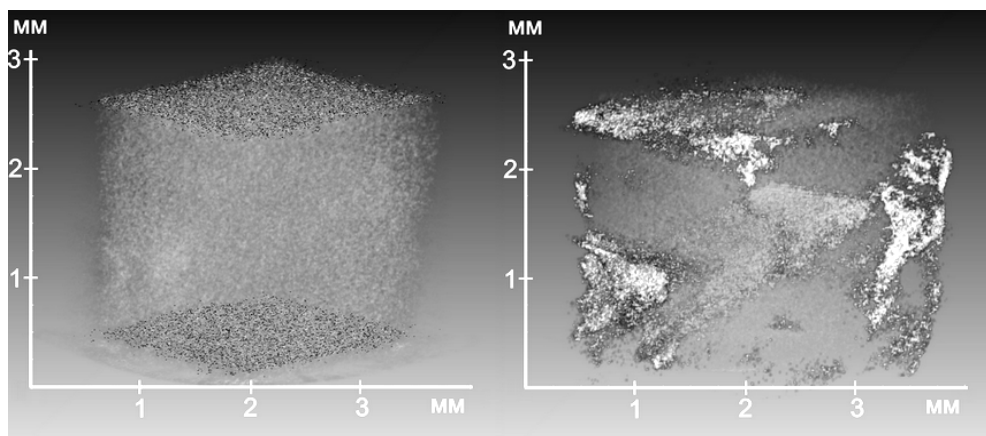


Рис. 8. Реконструкции кристалла LiF: слева - по томографическим данным; справа - по топографическим данным. На правом рисунке четко выявляются области с искаженной кристаллической структурой.

На рис. 8 видно, что геометрические размеры объекта хорошо передаются при использовании обоих методов. Однако абсорбционная томография (рис. 8 слева) слабо чувствительна к особенностям реальной кристаллической структуры объекта. В то же время дифракционная томография значительно более чувствительна к наличию дефектных областей кристалла, где происходит формирование сильного экстинкционного контраста.

Для повышения контраста полученных изображений автором проведены эксперименты с использованием полихроматического («белого») излучения, что в значительной степени облегчает юстировку кристалла. Проекция отраженного пучка сравнивались с данными топографического эксперимента по методу Ланга, которые представлены на рис. 9 б.

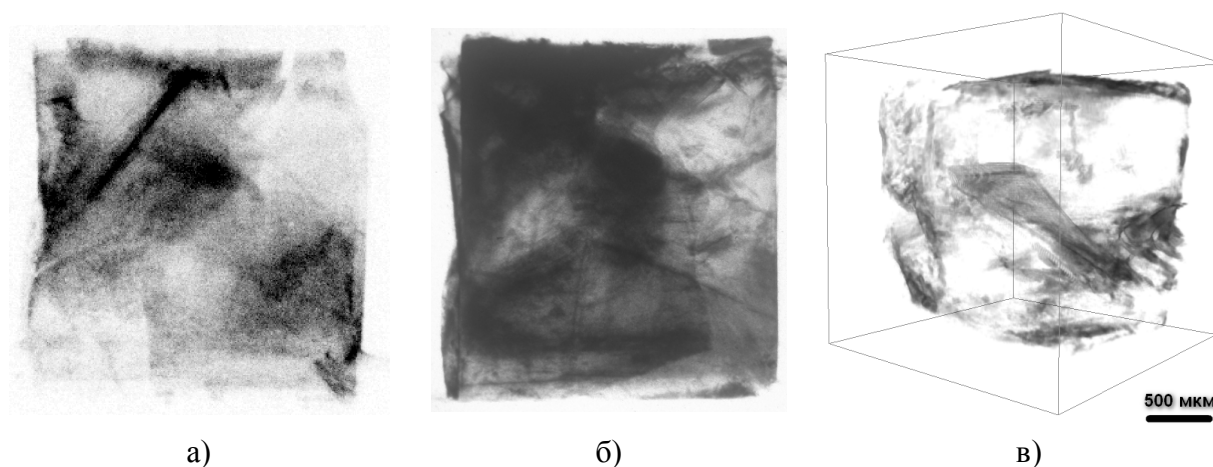


Рис. 9. Топограммы кристалла LiF. а) топо-томография; б) по методу Ланга; в) Проекция трехмерной реконструкции. Результаты получены на длине волны рентгеновского излучения $\text{MoK}\alpha$ ($\lambda = 0.71\text{\AA}$).

Результаты обоих методов очень хорошо согласуются. Видно, что кристалл LiF состоит из сильно разориентированных блоков. В связи с этим можно предположить, что дифракционные отражения носят кинематический характер. Это подтверждается экспериментами по методу Шульца и измеренной кривой дифракционного отражения (рис. 10). Показано, что разориентации блоков составляют 100-200 угл. сек, полуширины рефлексов ~ 100 угл. сек., что в 20 раз выше теоретической величины.

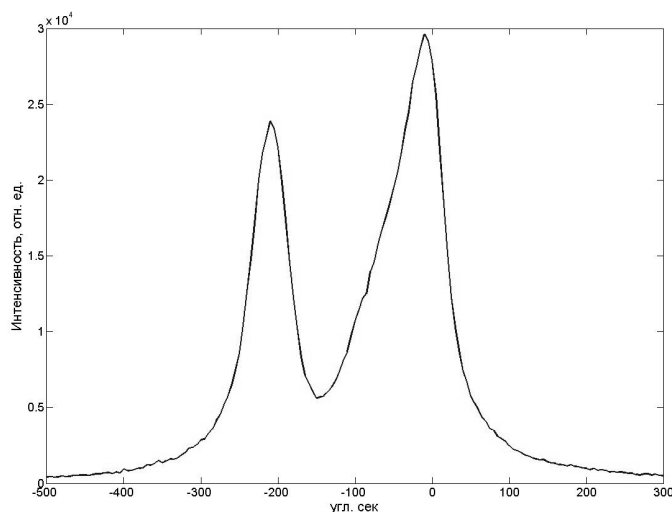


Рис. 10. Кривая дифракционного отражения кристалла LiF, измеренная на длине волны MoK α ($\lambda = 0.71 \text{ \AA}$). Два ярко выраженных максимума свидетельствуют о присутствии двойников.

На рис. 11. представлены результаты топо-томографического исследования природного алмаза с разрешением ~ 20 мкм. Важно, что в отличие от ранее проведенных исследований, полученные результаты с использованием метода топо-томографии описывают трехмерные распределения кристаллических дефектов, расположенных внутри кристалла.

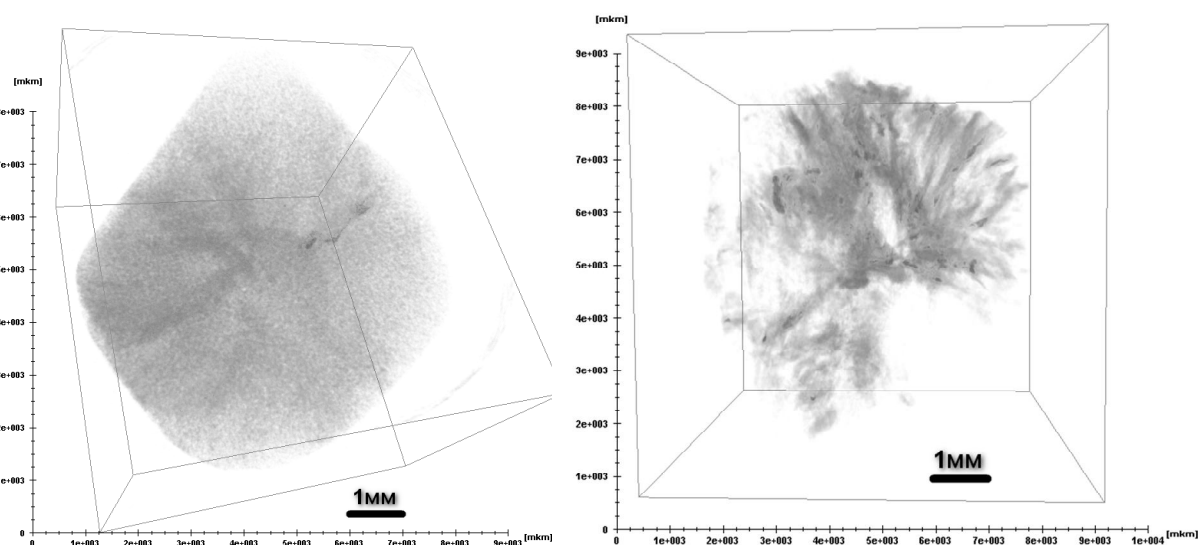


Рис. 11. Результаты топо-томографического исследования природного алмаза. Слева – по томографическим данным; справа – по топографическим.

В разделе 3.3. представлены результаты некоторых биологических исследований, проведённых на лабораторном микротомографе. В качестве примера на рис.12. представлены результаты восстановления внутренней структуры пальцев гекконов *Rachydactylus bibroni* с пространственным разрешением ~ 10 мкм, где четко выявлено сложное строение их фаланг. Результаты рентгеноматомографических и гистологических исследований данных костей и других деталей опорно-двигательного аппарата этих рептилий не позволяют сделать заключение об их декальцификации при пребывании в невесомости, что, возможно, отличает гекконов от других исследованных ранее животных.

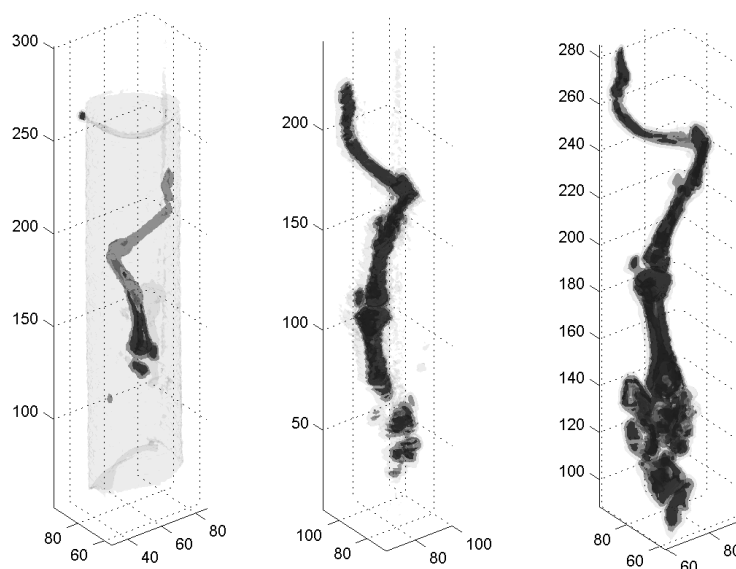


Рис. 12. Реконструкции пальцев геккона. Четко видны все фаланги пальцев. Размер по осям указан в каналах детектора. 1 канал составляет 13 мкм.

На данном микротомографе автором были также изучены особенности внутренней структуры зерен ячменного солода (рис. 13). Поперечные срезы позволяют более детально изучить происходящие в зерновке процессы. Данные о структуре зерновки ячменя, полученные методом рентгеновской микротомографии, не только полностью совпадают с результатами других методов исследования, но и позволяют иметь представление об изменениях в объеме зерна на любой стадии прорастивания ячменя.

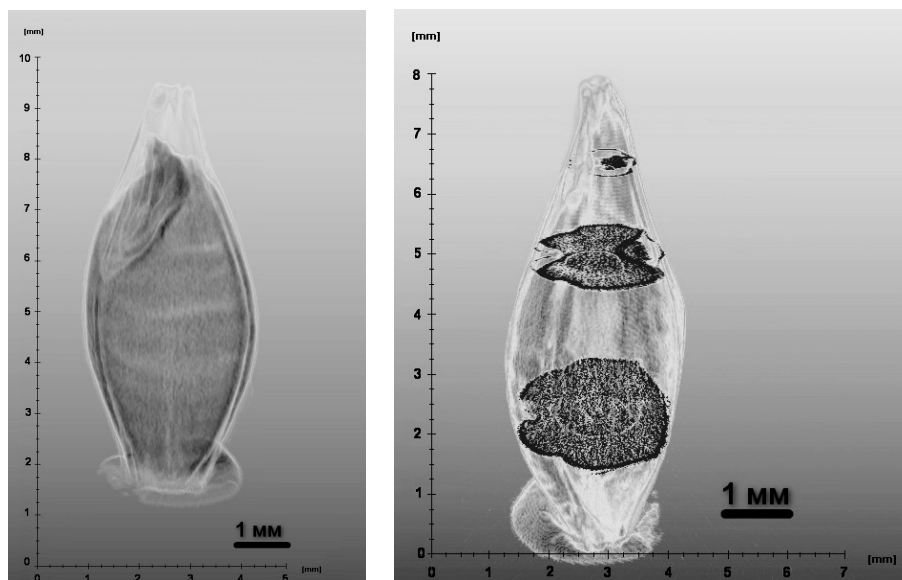


Рис. 13. Реконструкции зерен ячменя. На рисунке справа показаны поперечные срезы, демонстрирующие плотные клетки эндосперма (запасяющей ткани в семени растений) – темные точки.

В разделе 3.4. описана возможность использования метода рентгеновской микротомографии для неразрушающего контроля изделий микроэлектроники на примере изучения структуры серийного светодиода. Показано, что данный метод позволяет выявить не только основные детали конструкции этого устройства, но и установить наличие ориентированной микроструктуры, сформированной на поверхности лейкосапфира (Al_2O_3) для улучшения светооптических свойств (рис.14).

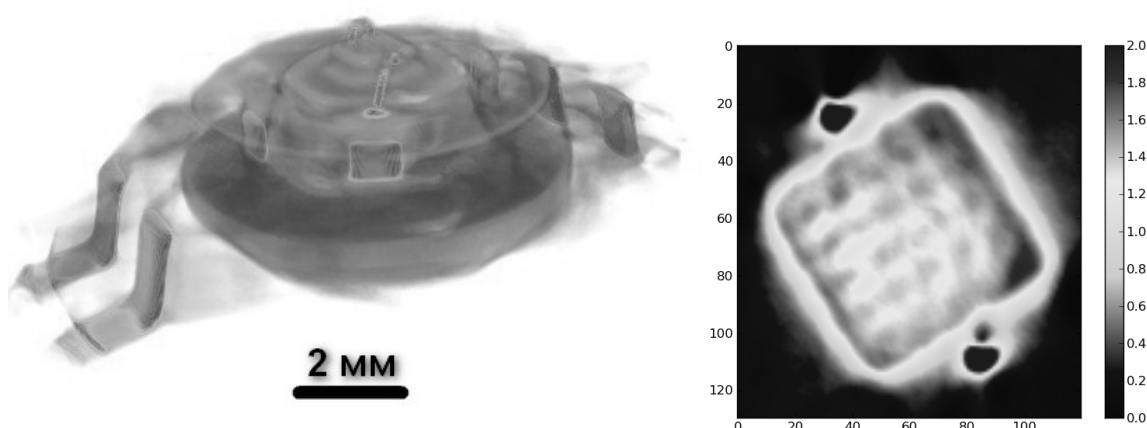


Рис. 14. Структура светодиода.

ВЫВОДЫ ДИССЕРТАЦИИ

1. На основании теоретических расчетов и оценок сделано заключение, что диапазон длин волн рентгеновского излучения $0.5 - 2.3 \text{ \AA}$ оптимален для исследования в лабораторных условиях, как биологических объектов, так и слабопоглощающих кристаллов с линейными размерами $0.01-10 \text{ мм}$.
2. Создан лабораторный рентгеновский микротомограф, позволяющий исследовать как некристаллические (органические и неорганические) объекты, так и слабопоглощающие кристаллы с разрешением до 1 мкм . Это разрешение достигается путем применения увеличивающей оптики на базе асимметрично срезанных отражающих кристаллов $\text{Si}(220)$ с коэффициентом асимметрии 20. В отсутствие увеличивающей оптики разрешение определяется геометрическими размерами чувствительного элемента детектора (пикселя) и составляет $\sim 13 \text{ мкм}$.
3. Для улучшения качества томографической реконструкции предложены и разработаны методики нахождения угла между осью вращения гониометра и столбцами рентгеночувствительных элементов детектора. Применение разработанных методик позволило выявить и уменьшить отрицательное влияние осевых биений гониометра на результаты восстановления, а в дальнейшем практически полностью их устранить, сведя до величины, не превосходящей 1 микрона .
4. Впервые теоретически и экспериментально показана как возможность использования лабораторного источника для проведения топтомографических экспериментов, так и возможность применения томографических алгоритмов для реконструкции внутреннего строения кристаллических дефектов по дифракционным данным. Разработанный для этой цели подход реализован с применением модифицированного алгебраического метода реконструкции SART для случая параллельного пучка с учетом наклона оси вращения.
5. Проведены рентгеновские томографические эксперименты ряда природных волокнистых алмазов. Установлено, что примеси возникшие в этих алмазах в момент их образования распределены неравномерно, а их плотность увеличивается к центральной части.

6. Впервые в лабораторных условиях выполнены топо-томографические исследования пространственной структуры двух кристаллов различной природы, а именно синтетического фторида лития и природного алмаза. Установлено, что трещины в структуре фторида лития возникают преимущественно по кристаллической плоскости (111). Выявленная при исследовании кристалла алмаза конфигурация ростовых дефектов, показывает, что рост алмазов происходил из единого центра.
7. Впервые выполнены томографические исследования различных классов образцов биологической природы. При детальном изучении костных тканей геккона *Rachydactylus bibroni* (около 40 образцов) в норме и в условиях микрогравитации методом рентгеновской микротомографии получены достоверные свидетельства того, что минеральный обмен не подвергается изменениям при воздействии микрогравитации. На примере зерновок ячменя показана возможность детального изучения процессов солодоращения, не нарушая целостности зерна.

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, А.А. Ширяев, В.Е. Асадчиков. Рентгеновская компьютерная томография естественных алмазов и содержащихся в них микровключений. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009. №9, с. 3-8.
2. В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Золотов, Р.А. Сенин, А.С. Геранин. Лабораторные рентгеновские микротомографы на монохроматическом излучении. Кристаллография, 2010. т. 55. № 1, с. 167–176.
3. Д. А. Золотов, А. В. Бузмаков, В. Е. Асадчиков, А. Э. Волошин, В. Н. Шкурко, И. С. Смирнов. Исследование внутренней структуры монокристалла фторида лития методом рентгеновской топо-томографии в лабораторных условиях. // Кристаллография. 2011. т. 56. № 3. с. 426–430.
4. Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, А.А. Ширяев, Р.А. Сенин, В.Е. Асадчиков. Рентгеновская томография природных алмазов на монохроматическом рентгеновском излучении // РСНЭ-2007 12-17 ноября 2007 ИК РАН, Москва, тезисы докладов с. 602.
5. А.В. Бузмаков, Р.А. Сенин, Д.А. Золотов, А.А. Перцов, А.А. Коновко, А.С. Геранин, Ю.И. Дудчик, А.В. Андреев, В.Е. Асадчиков. Использование увеличивающих рентгенооптических элементов для лабораторной рентгеновской микротомографии // Москва 12-17 ноября 2007, РСНЭ -2007 тезисы докладов, с. 570.
6. A.V. Buzmakov, V.E. Asadchikov, R.A. Senin, D.A. Zolotov, E.I. Fokin, V.I. Gulimova, S.V. Saveliev. Microtomography of biological objects using

- laboratory x-ray sources // Workshop: X-ray micro and nanoprobe: instruments, methodologies and applications, p.50., 14 - 17 June 2007, Eliche, Italy.
7. Золотов Д.А. Рентгеновское томографическое исследование структуры естественных волокнистых алмазов // Ежегодная научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, 19 - 29 февраля 2008, тезисы докладов.
 8. R.A.Senin, A.V.Buzmakov, Yu.I.Dudchik, A.S.Geranin, A.A.Konovko, I.S.Smirnov, D.A.Zolotov, V.E.Asadchikov. Two types of laboratory magnifying microtomographs. // HERCULES-2008 School, Grenoble, France, 17 February - 21 March 2008.
 9. Buzmakov, D. Zolotov, R. Senin, A. Shiriaev, E. Fokin, V. Nikitin, V. Asadchikov. Microtomography investigation of several organic and nonorganic samples on laboratory setups using monochromatic irradiation. // 9th International Conference on X-Ray Microscopy 2008 July 21 - 25, Zürich, Switzerland, Book for abstracts p. 74.
 10. V. Asadchikov, A. Buzmakov, D. Zolotov, R. Senin "X-ray microtomography on the laboratory sources using monochromatic irradiation." // 9th International Conference on X-Ray Microscopy 2008, July 21 - 25, Zürich, Switzerland, Book for abstracts p. 60.
 11. Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, А.А. Ширяев, В.Е. Асадчиков. «Рентгеновская микротомография природных кристаллов алмаза и анализ содержащихся в них включений» // Вторая международная молодёжная научная школа–семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (дифракционные методы для нанотехнологии)» В. Новгород 1–5 сентября 2008 г., с. 92.
 12. В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Золотов, В.Б. Никитин, Р.А. Сенин, Е.И. Фокин. Рентгеновская микротомография биологических объектов на лабораторных источниках с использованием монохроматического излучения. // Вторая международная молодёжная научная школа–семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (дифракционные методы для нанотехнологии)» Великий Новгород 1–5 сентября 2008 г., с. 68.
 13. Н. Данильчук. В. Е. Асадчиков, А. В. Бузмаков, Д. А. Золотов. Рентгеновская томография при исследовании изменений структуры зерновок в процессе солодоращения // Пиво и напитки. №2, 2008, стр. 20-21.
 14. Золотов Д.А. Рентгеновская компьютерная томография кристаллических материалов // Ежегодная научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, 24 февраля – 5 марта 2009. тезисы докладов.
 15. А.С. Геранин, Д.А. Золотов, И.В. Якимчук, Ю.О. Волков, Б.С. Рошин, А.В. Бузмаков, И.С. Смирнов, В.Е. Асадчиков. Рефлектометрические и томографические эксперименты с применением кристаллов-монокроматоров различной степени совершенства // РСНЭ-НБИК 2009. 16-21 ноября. ИК РАН – РНЦ КИ. Москва. 2009. с. 572.
 16. Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков, А.Э. Волошин, И.А. Смирнова. Рентгеновская дифракционная томография кристаллов с применением лабораторных источников. // РСНЭ-НБИК 2009. 16-21 ноября. ИК РАН – РНЦ КИ. Москва. 2009, с. 583.

17. Золотов Д.А. Выявление пространственного распределения структурных дефектов в кристалле фтористого лития методом «топо-томографии». // Ежегодная научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, 17 февраля – 1 марта 2010. тезисы докладов.
18. Asadchikov V.E., Buzmakov A., Zolotov D. X-Ray Tomography: From Micro to Nano.// 10th European Conference on Non-Destructive Testing. Moscow. June 7-11, 2010. Abstracts. Part 1. p.240
19. А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков, Д.А. Золотов, Р.А. Сенин, М.В. Чукалина. Обработка сигналов в томографии при использовании различных рентгенооптических схем // Рабочее совещание «Рентгеновская оптика – 2010». ИПТМ РАН, г. Черноголовка. 20 - 23 сентября 2010 г. сс. 168-169.
20. Д.А Золотов, В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, А.Э. Волошин, А.А. Ширяев, И.С. Смирнов. Рентгеновская томография и топо-томография слабопоглощающих кристаллов на лабораторных источниках // Рабочее совещание «Рентгеновская оптика – 2010». ИПТМ РАН, г. Черноголовка. 20 - 23 сентября 2010 г. сс. 174-176.