

УДК 548.73; 535.4; 537.9 ;534.8; 534.2

на правах рукописи

Таргонский Антон Вадимович

**РАЗВИТИЕ ВРЕМЯРАЗРЕШАЮЩИХ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКИХ
МЕТОДОВ И ИЗУЧЕНИЕ НА ИХ ОСНОВЕ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ
ХАРАКТЕРИСТИК КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

Специальность 01.04.18 – «Кристаллография, физика кристаллов»

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва 2014

Работа выполнена в лаборатории рентгеновских методов анализа и синхротронного излучения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института кристаллографии имени А. В. Шубникова Российской академии наук (ИК РАН).

Научный руководитель: **Ковальчук Михаил Валентинович**
член-корреспондент РАН,
доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИЦ «Курчатовский институт», заведующий отделом, ИК РАН

Официальные оппоненты:

1. **Суворов Эрнест Витальевич**, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, Институт физики твердого тела Российской академии наук
2. **Смирнов Игорь Сергеевич**, кандидат физико-математических наук, профессор, Национальный исследовательский университет Высшая школа экономики Московский институт электроники и математики (НИУ ВШЭ МИЭМ), Факультет электроники и телекоммуникаций,

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования научно-исследовательский университет «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИУ «СПбГПУ»)

Защита диссертации состоится «___» _____ 2015 г. в ___ ч. ___ мин. на заседании диссертационного совета Д 002.114.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте кристаллографии имени А. В. Шубникова Российской академии наук по адресу 119333, г. Москва, Ленинский пр. 59, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте (www.crys.ras.ru) ИК РАН

Автореферат разослан «___» _____ 2014 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета Д 002.114.01
доктор физико-математических наук

В.М. Каневский

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Рентгеновское излучение благодаря своим уникальным свойствам широко и плодотворно используется во многих областях человеческой деятельности, особенно в медицине, промышленности, системах безопасности. Методы, основанные на изучении рассеянных исследуемым объектом рентгеновских лучей, широко применяются в научных исследованиях и разработках, в особенности в материаловедении.

Наибольшее развитие получили рентгенодифракционные (РД) методы исследования кристаллов. Хорошо известно, что кристалл – естественная дифракционная решетка для рентгеновского пучка, поскольку межатомные расстояния в кристалле соизмеримы с длиной волны рентгеновского излучения. Поэтому с одной стороны рентгеновское излучение традиционно применяется для исследования кристаллов, а с другой использование рентгеновской дифракции в кристаллах позволяет эффективно управлять спектральными и пространственными характеристиками рентгеновского пучка.

В настоящее время одной из наиболее актуальных тенденций развития методологии РД исследований является переход к развитию методов **изучения динамики** поведения материалов в условиях внешних воздействий, а также исследования сложных объектов, таких как неорганические наноразмерные образования, белковые кристаллы. Ключевой особенностью при проведении таких исследований является необходимость проведения экспериментов с малым объемом вещества за короткое время.

Для успешного выполнения таких исследований требуется проведение модернизации всего экспериментального комплекса. Основные экспериментальные потребности можно сформулировать следующим образом: высокая интенсивность рентгеновского пучка, быстродействующая регистрирующая аппаратура и быстрое управление параметрами эксперимента. Для решения первой задачи создаются и совершенствуются современные источники излучения: рентгеновские трубки с вращающимся или расплавленным анодом, синхротроны, ондуляторы, лазеры на свободных электронах. Решение второй задачи подразумевает создание и совершенствование быстродействующих детекторов, процессоров, шин и программного обеспечения, позволяющих своевременно обрабатывать весь поток данных. Трудности решения третьей задачи связаны с тем, что для использования рентгеновского пучка в качестве инструмента требуется управление пространственными и спектральными характеристиками, которое осуществляется с помощью набора рентгеновской оптики: РД элементов (кристаллов, многослойных структур), коллиматоров, зеркал, линз и

многого другого. Принцип действия этих элементов различен, однако прецизионная оперативная перестройка условий эксперимента вызывает определенные трудности, поскольку изменение параметров рентгеновского пучка обычно осуществляется за счет механического перемещения рентгенооптических элементов, что существенно ограничивает быстродействие всего экспериментального оборудования.

Альтернативой механическому перемещению элементов является параметрическое влияние на рентгеновский пучок с помощью модуляции среды, в которой он распространяется, путем нагрева, электрического поля, ультразвука. Анализ возможностей по контролируемому и оперативному влиянию на среду показал, что **ультразвук** является наиболее удобным и эффективным способом влияния на кристаллическую решетку, а, следовательно, и на электромагнитную волну рентгеновского диапазона, которая распространяется в кристалле. При этом особенности рентгеноакустических (РА) взаимодействий зависят от соотношения между длиной ультразвуковой волны и шириной области засветки на кристалле [1]. Низкочастотный ультразвук, длина волны которого сопоставима с размерами образца, позволяет создавать медленно меняющуюся в пространстве и времени деформацию кристаллической решетки. Это может быть как переменная во времени деформация с постоянным или квадратичным градиентом, так и квазипостоянная деформация. При этом в первом случае можно управлять фокусировкой [2], а во втором, пространственным положением пучка (в случае дифракции расходящегося монохроматического пучка) или длиной волны (в случае дифракции параллельного «белого» пучка) [3]. Ультразвуковая деформация изменяется во времени, что при использовании стробоскопической техники, позволяет выделить временные участки с различными по амплитуде и знаку деформациями. Регистрация рентгеновского пучка в зависимости от фазы ультразвукового колебания позволяет сканировать условия дифракции с помощью ультразвуковой развертки. Развитию методов такого управления рентгеновскими пучками посвящена настоящая работа.

Цели работы:

- Разработка нового метода рентгеноакустической дифрактометрии;
- Изучение пространственной структуры колебаний кристаллических материалов и разработка на этой основе элементов рентгеноакустической оптики;
- Разработка и создание рентгеноакустического дифрактометра;
- Исследования эволюции рентгенодифракционных характеристик технически важных кристаллов методом рентгеноакустической дифрактометрии.

В соответствии с поставленными целями в работе решались следующие задачи:

1. Разработка рентгенооптических схем с использованием стробоскопической системы регистрации, обеспечивающих возможности проведения исследований эволюции РД характеристик с разрешением по времени;
2. Разработка и создание РА элементов: составных и монолитных резонаторов, использующихся в качестве РА монохроматоров и анализаторов. Исследование особенностей их работы;
3. Создание и экспериментальная апробация образца рентгеноакустического дифрактометра реализующего предложенные автором рентгенооптические схемы;
4. Экспериментальные исследования изменений РД характеристик в условиях вибрационных нагрузок) кристаллов кремния (Si), кварца (SiO₂), фторида лития (LiF) и парателлурита (TeO₂).

Научная новизна:

1. Предложены и реализованы рентгенооптические схемы обеспечивающие проведение экспериментов с временным разрешением с помощью ультразвуковой развертки рентгеновского пучка.
2. Проведен трехмерный анализ ультразвуковых деформаций РА элемента на основе измерений РА дифрактограмм колеблющегося кристалла, частотного спектра электромеханического отклика этого элемента и математического моделирования методом конечных элементов.
3. Предложен, создан и исследован специальный элемент рентгеновской акустооптики – монолитный РА резонатор, применение которого позволило существенно расширить диапазоны перестройки рентгеновских параметров.
4. Разработан и впервые применен времяразрешающий РД метод исследования деформационных процессов в кристаллических материалах на основе рентгеновской акустооптики.
5. Впервые изучена эволюция РД характеристик кристаллов кремния, кварца, фторида лития и парателлурита методом РА дифрактометрии. Обнаружены, ранее не исследованные обратимые изменения в кристаллах парателлурита и фторида лития.

Практическая значимость:

1. Предложенный и реализованный в настоящей работе метод управления пространственно-временными и спектральными характеристиками рентгеновского пучка с помощью РА монохроматора, может быть использован для создания РА дифрактометра с возможностями регистрации кривых дифракционного отраже-

ния (КДО) с высокой точностью и временным разрешением на несколько порядков лучшим, чем в действующих традиционных дифрактометрах. При этом существенным преимуществом является скорость и точность проводимых измерений.

2. Созданная ультразвуковая приставка, а также предложенная и апробированная схема измерения КДО, в которой РА элемент используется в качестве анализатора могут быть использованы для модернизации широко распространенных простых (в том числе неавтоматизированных) однокристалльных дифрактометров в высокоточный автоматизированный двухкристалльный дифрактометр.
3. Разработан комплексный подход к созданию, моделированию и тестированию РА элементов.
4. Результаты исследований изменения дефектной структуры кристаллических материалов непосредственно в процессе динамической ультразвуковой нагрузки образцов указывают на возможность определения параметров и контроля качества разнообразных элементов устройств, работающих в условиях вибрационных нагрузок.

На защиту выносятся следующие основные результаты и положения:

1. Новый метод регистрации кривых дифракционного отражения на основе РА взаимодействий и рентгенооптические схемы его реализации.
2. Комплексный подход к разработке РА элементов, основанный на сочетании традиционных расчетов электроакустических резонаторов с расчетами распределения ультразвуковых деформаций на основе метода конечных элементов и РД методами измерения распределения ультразвуковых деформаций. Создан новый РА элемент – монолитный резонатор.
3. Экспериментальная апробация предложенных способов управления параметрами рентгеновского пучка с помощью РА элементов, использующихся в качестве кристалла-анализатора или акустически перестраиваемого монохроматора.
4. Впервые полученные данные об эволюции рентгенодифракционных характеристик кристаллов кремния, кварца, фторида лития и парателлуриата в широком диапазоне амплитуд ультразвука с помощью рентгеноакустических взаимодействий.

Личный вклад автора: исследования проводились автором диссертации лично. При активном участии автора создан и апробирован уникальный прибор – РА дифрактометр. Планирование работ, обсуждение результатов и их интерпретация проводились совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Апробация результатов работы:

По результатам работы сделаны доклады на 18 национальных и международных конференциях:

- Молодежный конкурс научных работ ИК РАН 2012 года. Доклад, сделанный по материалам диссертации, удостоен 1-й премии;
- Вторая школа молодых ученых по физике наноструктурированных и кристаллических материалов, Нижний Новгород, 2011г;
- Третья международная молодежная школа "Современные методы анализа дифракционных данных" Великий Новгород, 2011г;
- XXII International Congress and General Assembly of the IUCr Международный кристаллографический конгресс, Мадрид, Испания, 2011г;
- VIII Национальная конференция РСНЭ-НБИК, Москва, 2011г;
- Towards Reality in Nanoscale Materials V Finland, Levi, 2012г;
- Третья Международная Школа PCnano-2011, Москва, Екатеринбург, Новосибирск 2011;
- Workshop: German-Russian beamline at PETRA III Extension 2012;
- ХТОР 2012. Saint-Petersburg, Russia;
- Wave Electronics and its Applications in Information & Telecommunication Systems Saint-Petersburg, Russia 2012;
- 4th Russian-German Travelling Seminar PCnano-2012, Berlin-Hamburg-Grenoble;
- European XFEL Users' Meeting 2013 DESY Photon Science Users' Meeting Germany Hamburg 2013;
- 46th Course The Future of Dynamic Structural Science, Italy Erice 2013;
- «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения» (INTERMATIC-2013), МИРЭА, Москва, Россия, 2013;
- Advanced Materials Design at X-ray and Neutron Facilities: Soft Matter and Nano Composites (RACIRI Summer School 2013), Russia Petergof, 2013;
- "Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация как форма самоорганизации вещества", г.Иваново, 2014 г.
- ХТОР 2014 Villar-de-Lans, France
- РНСиКС 2014 Санкт-Петербург, Россия

Публикации: в диссертацию включены результаты, опубликованные в 19 публикациях, из которых 2 статьи в рецензируемых научных изданиях из списка ВАК, один патент на изобретение.

Структура и объем диссертации: диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 136 страницы, включая 52 рисунка, 8 таблиц и список литературы из 102 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** содержится обоснование актуальности проводимых исследований, и излагаются цели диссертационной работы. Отмечены новизна и практическая значимость работы, представлены сведения об апробации результатов работы и публикациях.

Глава 1 имеет обзорный характер и посвящена с одной стороны описанию методов формирования и управления рентгеновскими пучками с помощью традиционных рентгенооптических элементов, а с другой анализу возможностей управления рентгеновским пучком с помощью **рентгеноакустических взаимодействий** в кристаллах.

Изучению взаимодействия рентгеновских лучей с акустическим полем посвящено большое количество работ. Условно их можно разделить на три направления. Первое направление, развитое в наибольшей степени, посвящено изучению особенностей распространения ультразвуковых поверхностных и объемных волн в кристаллах с помощью рентгеновского излучения. Развитие второго направления - изучение физики РА взаимодействий показало, что особенности зависят от соотношения между длиной волны ультразвука и размерами рентгеновского пучка [1]. Так, в высокочастотной области ультразвук создает сверхрешетку, на которой рентгеновский пучок дополнительно рассеивается и дифракционная картина содержит дополнительные максимумы – сателлиты [4]. В случае совпадения длины волны ультразвука с глубиной экстинкции рентгеновского пучка может наблюдаться специальный эффект – рентгеноакустический резонанс [5]. В низкочастотной области рентгеновским лучом засвечивается часть кристалла, в которой ультразвук создает деформации аналогичные случаю статически изогнутого или нагретого кристалла, но в отличие от них, деформация изменяется во времени. В то же время, использование всех этих особенностей для управления рентгеновским пучком (третье направление) в основном сводилось к модуляции интенсивности рентгеновского пучка, с использованием длин волн ультразвука много меньше [6, 7] или сравнимых [8] с размерами рентгеновского пучка. В области длинноволнового звука были показаны возможности по управлению пространственными и спектральными параметрами рентгеновского пучка [3, 9].

В обзоре отмечены общеизвестные закономерности поведения дефектной структуры кристаллических материалов в условиях больших амплитуд ультразвука. Согласно теории упругости твердых тел в кристалле амплитуда деформации, в первом приближении, линейно зависит от силы внешнего воздействия до определенной границы. Переход этой границы характеризуется возникновением дефектов кристаллической структуры, их перемещением и размножением, также могут проявляться пластические, нелинейные эффекты [10].

Для наблюдения за дефектной структурой кристаллов в условиях больших амплитуд ультразвука требуются соответствующие методы исследований. Здесь стоит отметить, что традиционно применяются подходы, основанные на статических измерениях «до» и «после» ультразвукового воздействия, при этом могут наблюдаться только остаточные явления. К таким методам относятся, в частности, методы избирательного химического травления [11], электронной микроскопии [12], рентгеновской топографии [13]. С другой стороны, методы двухкомпонентного резонансного осциллятора [14] и поляризационно-оптический [15], можно считать времяразрешающими. При этом с помощью первого метода удается получать только косвенные характеристики, а с помощью второго не удастся исследовать непрозрачные кристаллы. Однако, РД методики, позволяющие проводить локальные исследования с

субатомным разрешением, не применялись для динамического контроля, в связи с низким временным разрешением.

Таким образом, анализ литературных источников показал, что несмотря на успешное развитие традиционных методов управления рентгеновскими пучками, трудности с недостаточной скоростью перестройки параметров эксперимента в процессе измерений делают невозможным исследование динамических процессов. Целесообразным представляется развитие альтернативных методов контроля, например, с помощью длинноволнового ультразвука, где до настоящего момента были показаны лишь возможности перестройки параметров.

В **главе 2** предложен и обоснован новый метод управления рентгеновским пучком с помощью РА взаимодействий. Показано, что в схеме двухкристальной рентгеновской дифрактометрии, с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки одного из кристаллов, можно сканировать условия дифракции путем регистрации двухкристальных КДО.

Традиционно запись КДО осуществляется поворотом исследуемого кристалла вокруг падающего пучка, который формируется кристаллом-монохроматором, или поворотом кристалла-анализатора установленного после неподвижного образца. Поворот должен быть высокоточным, с шагом порядка нескольких долей угловых секунд и осуществляется с помощью прецизионных, сложных гониометров.

На основе ультразвуковой модуляции межплоскостного расстояния разработан метод регистрации КДО, который позволяет проводить измерения при неподвижных кристаллах, и не требует использования высокоточной механики. Сканирование условий дифракции (изменение угла дифракции рентгеновского пучка) осуществляется за счет ультразвуковой модуляции (перестройки) параметра кристаллической решетки образца, анализатора или монохроматора.

Если невозбужденный кристалл установить в точное брэгговское положение и включить ультразвук, то интенсивность счета дифрагированных рентгеновских квантов будет максимальной в фазе отсутствия ультразвуковой деформации. При всех других фазах регистрации дифрагированного рентгеновского пучка, параметр кристаллической решетки будет отличным от параметра невозбужденного кристалла, и максимальная интенсивность дифракции будет наблюдаться при других углах установки кристалла. Таким образом, угловое (пространственное) положение рентгеновского пучка зависит от фазы ультразвуковой деформации на данном участке кристалла.

Для реализации подхода была разработана система анализатора стоячих волн (АСВ), которая позволяла по поданному синхроимпульсу определить период ультразвуковых колебаний и разделить его на максимальное количество независимых каналов счета. Интенсивность дифракции регистрировалась при монотонном изменении межплоскостного расстояния d анализатора или монохроматора без механических перемещений элементов.

Для экспериментальной реализации этого подхода разработано две рентгенооптические схемы: «источник-монохроматор-образец» - модуляция угла падения пуч-

ка на образец. В этом случае акустический кристалл представляет собой перестраиваемый монохроматор (рис. 1).

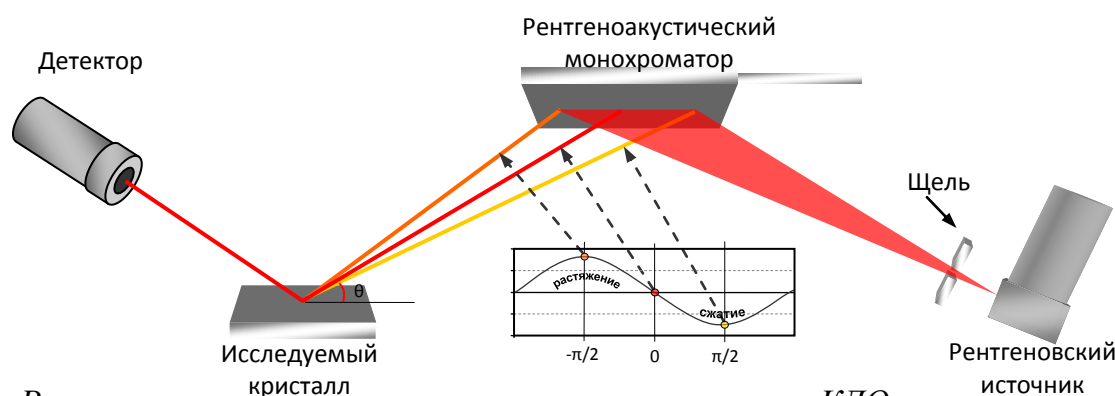


Рис 1. Рентгенооптическая схема эксперимента измерения КДО с использованием рентгеноакустического монохроматора, в которой исследуемый кристалл и кристалл-монохроматор неподвижны.

Схема «источник-образец-анализатор» - быстрое сканирование (анализ) углового распределения рентгеновского пучка, дифрагированного образцом. Акустический кристалл в этом случае выполняет функцию анализатора (рис. 2).

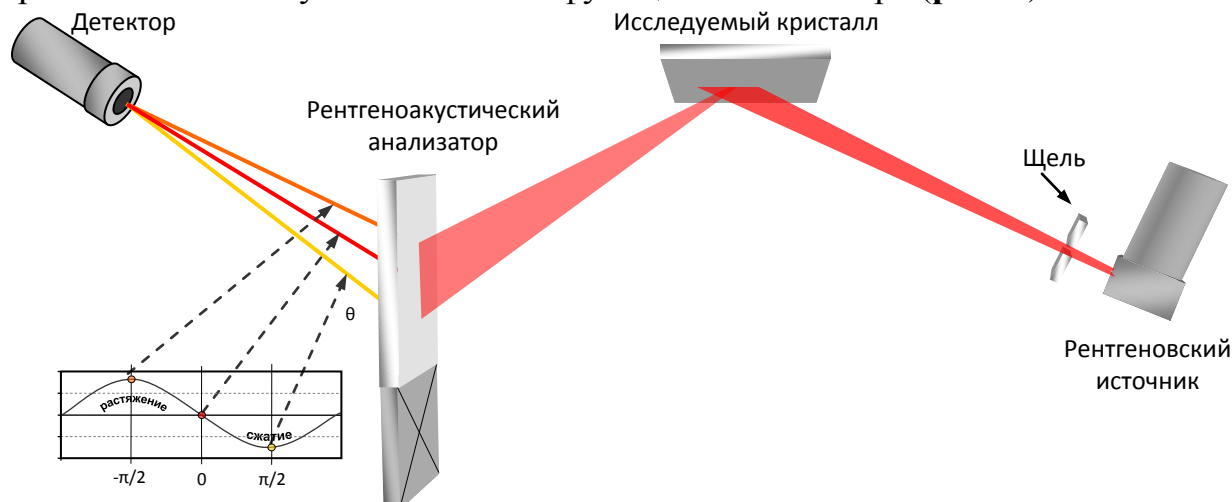


Рис. 2. Рентгенооптическая схема эксперимента измерения КДО с использованием рентгеноакустического анализатора, в которой исследуемый кристалл и кристалл-анализатор неподвижны.

Применение данного метода позволило исключить механический поворот кристаллов в процессе эксперимента, и регистрировать угловую зависимость интенсивности дифракции, при неподвижных элементах рентгенооптической схемы.

Достоинством данного метода является возможность проведения прецизионных измерений без использования сложных гониометрических систем, с высоким угловым разрешением и высоким разрешением по времени.

Принципиальной особенностью предложенных в настоящей работе рентгенооптических схем является возможность использования исследуемого образца с произвольной формой контура без специальных сведений о его упругих свойствах.

Описание комплексного подхода к созданию и тестированию РА элементов, необходимых для реализации предлагаемого подхода приведено в **главе 3**. Использовались два типа РА элементов. Первый представляет хорошо известный в пьезотехнике составной резонатор. При больших амплитудах в экспериментах с такими ре-

зонаторами иногда происходило разрушение по склейке, поскольку именно здесь происходит интенсивное поглощение энергии колебаний. Поэтому автором диссертации был предложен второй тип – **монолитный резонатор**. Использование таких резонаторов позволило решить проблему разрушения.

Составной резонатор, схема которого показана на **рис. 3а**, представлял собой систему из двух кристаллов введенных в акустический контакт путем склейки торцевыми гранями. Один из кристаллов использовался в качестве пьезопреобразователя, создающего акустическую волну, переходящую во второй - рентгенооптический (не обладающий пьезоэлектрическими свойствами), который используется для дифракции рентгеновского пучка. Следует отметить, что склеивающий слой может создавать дополнительные напряжения в кристаллах и поглощать часть ультразвуковых колебаний. Монолитный резонатор изготовлен на основе кристалла пьезоэлектрика (**рис. 3б**). Если на этот элемент нанести электроды покрывающие половину элемента, то резонансная частота будет определяться длиной покрытой электродом области, а распределение ультразвуковых деформаций будет аналогично наблюдаемому в составном резонаторе, с той лишь разницей, что для его создания склейка не требуется.

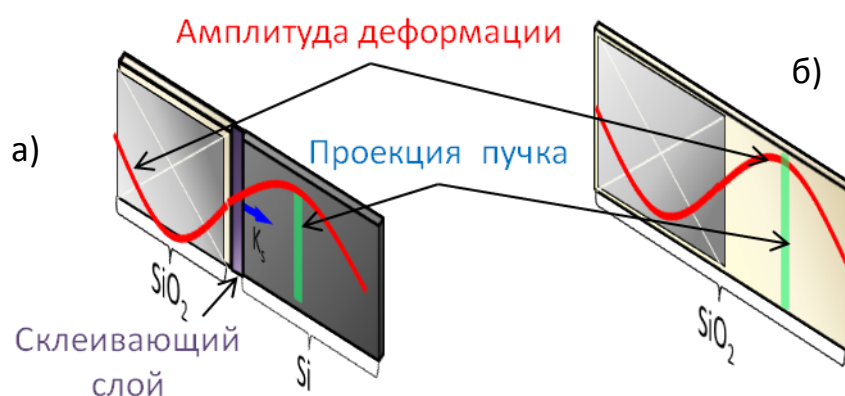


Рис. 3. Схемы используемых резонаторов, ожидаемое распределение амплитуды ультразвуковой деформации по длине кристалла и проекция рентгеновского пучка. а) составной резонатор, б) монолитный

Условием эффективной работы таких элементов является совпадение резонансных частот двух частей: возбуждающей и рентгенооптической. В случае составного резонатора требуется весьма трудоемкая процедура подгонки резонансных частот составных частей на основе известных соотношений. Кроме того необходима тщательная шлифовка торцов с соблюдением высокой степени плоскопараллельности.

Как упоминалось ранее, для эффективного управления рентгеновским пучком, требуется, чтобы ширина проекции падающего пучка засвечивала на кристалле область много меньшую длины ультразвуковой волны. Следовательно, имеется единственное существенное требование к размеру (длине) рентгенооптического кристалла: длина кристалла, равная половине длины волны резонанса основной моды (первой гармоники) продольных колебаний должна многократно превышать ширину рентгеновского пучка, составляющую на образце 0.1 – 2 мм.

Однако на практике колебания кристаллических пластин имеют более сложный характер из-за упругой анизотропии в кристаллах [16]. Связь между деформацией

растяжения-сжатия и сдвиговой деформацией имеет упругий характер и усложняет характер колебаний, оказывая влияние на их частоту. Для обеспечения чистой моды колебаний выбирались такие ориентации кристаллов, при которых направления фазовой и групповой скоростей совпадают. В соответствии с расчетами были изготовлены составные и монокристаллические резонаторы, параметры которых приведены в таблице 1.

Таблица 1

Элемент	Кристалл-преобразователь				Рентгенооптическая часть			
	Длина	Ширина	Толщина	Ориентация	Длина	Ширина	Толщина	Ориентация
Составные резонаторы								
SiO ₂ +Si	[1 $\bar{1}$ 0] 15,8мм	[001] 9мм	[110] 0,5мм	-18.5°/0°/0°	[$\bar{1}$ 10] 28,5мм	[11 $\bar{2}$] 9мм	[111] 0,5мм	0°/0°/0°
SiO ₂ +Ge	[1 $\bar{1}$ 0] 15,8мм	[001] 9мм	[110] 0,5мм	-18.5°/0°/0°	[$\bar{1}$ 10] 15,6мм	[11 $\bar{2}$] 9мм	[111] 0,4мм	0°/0°/0°
SiO ₂ +LiF	[1 $\bar{1}$ 0] 15,8мм	[001] 9мм	[110] 1мм	-18.5°/0°/0°	[010] 19,4мм	[001] 9мм	[100] 1мм	0°/0°/0°
Монокристаллические резонаторы								
SiO ₂	[1 $\bar{1}$ 0] 25мм	[001] 10мм	[110] 1,5мм	-18.5°/0°/0°	-	-	-	-
TeO ₂	[$\bar{1}$ 10] 29мм	[001] 8мм	[110] 0,5мм	0°/0°/0°	-	-	-	-

Созданные резонаторы исследовались на соответствие требуемым характеристикам однородности распределения деформаций при УЗ колебаниях. Здесь стоит отметить, что подобные элементы широко применяются в пьезотехнике, однако там главными критериями работоспособности являются частотный спектр колебаний, стабильность резонансной частоты и добротность. В соответствии с основными запросами к таким элементам, традиционным методом анализа таких систем является **электроакустический метод измерения**, который состоит в записи амплитудно-частотных характеристик с высоким разрешением по частоте в широком динамическом диапазоне амплитуд.

На **рис. 4** представлен типичный экспериментальный результат измерения амплитудно-частотных характеристик (АЧХ) составных резонаторов.

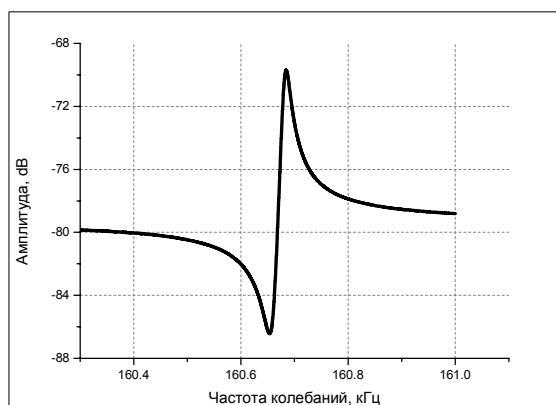


Рис. 4. Амплитудно-частотная характеристика составного резонатора SiO₂+Ge

Полученные в экспериментах АЧХ показывают, что резонансная частота составных резонаторов соответствует расчетным значениям и колебания носят монокристаллический характер.

тотный характер, типичный для чистой моды колебаний. Таким образом, в соответствии с теоретическими расчетами ожидалось получить распределение амплитуды деформаций по длине пластины близкой к классическому полуволновому.

Следующим шагом в исследовании созданных элементов стал **рентгенодифракционный метод**. Изучение РА резонаторов проводились на трехкристалльном рентгеновском спектрометре (ТРС). Данная установка предназначена для измерений кривых качания с высокой точностью, при этом образец может располагаться как в геометрии дифракции Лауэ, т.е. на просвет, так и Брэгга, т.е. на отражение **рис. 5**. При этом система подвижек позволяла локализовать разные участки рентгенооптического элемента и обнаруживать вариации параметра решетки.

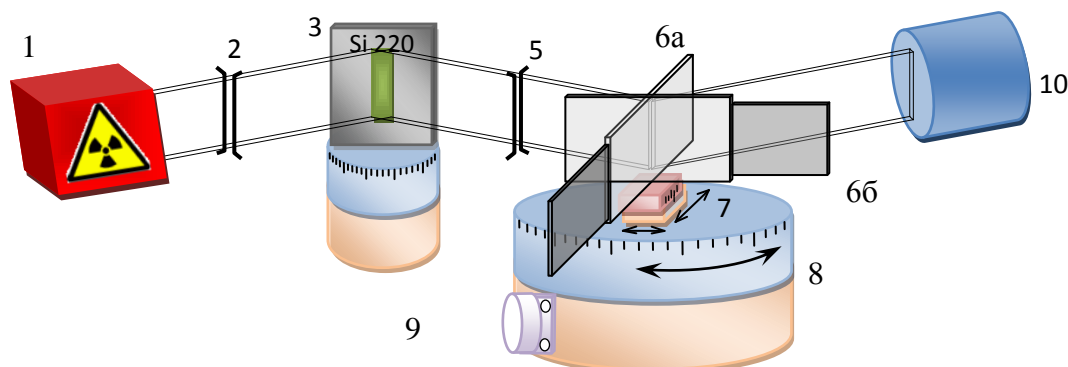


Рис. 5 Рентгенооптическая схема проведения экспериментов по исследованию рентгеноакустических резонаторов на ТРС. Основные элементы: 1- Источник рентгеновского излучения, 2- щель 1, 3- монохроматор, 4- гониометр монохроматора, 5- щель 2, 6а- резонатор расположен в геометрии Лауэ, 6б- резонатор расположен в геометрии Брэгга, 7- механическая подвижка, позволяющая проводить линейное сканирование образца, 8- главный гониометр, 9- шаговый двигатель для поворота гониометра с образцом, 10- сицилляцияционный детектор NaI.

С помощью системы возбуждения и контроля ультразвука в резонаторе возбуждалась стоячая акустическая волна на резонансной частоте, определенной в электроакустических экспериментах. В этом случае, межплоскостное расстояние в области засветки изменяется со временем. Если в процессе колебаний кристалла КДО записывать интегрально по времени, то наблюдается уширение, которое пропорционально зависит от амплитуды ультразвуковых колебаний на данном участке кристалла. Поскольку область засветки рентгеновским пучком много меньше длины волны ультразвука, измеряя уширение КДО в различных точках рентгенооптического кристалла, можно получить искомое распределение амплитуды ультразвуковых колебаний.

Согласно одномерной модели, в резонаторе должны возбуждаться лишь продольные колебания, направленные по оси резонатора (ось Y). Смещения меняются вдоль оси Y по закону $u = A \cos(\pi y / L)$, где L – длина пластины, и они не зависят от координаты по ширине и толщине (**рис. 3**). Это означает, что в результате линейного сканирования вдоль поверхности рентгенооптического элемента распределение полуширины КДО должно быть близким к однородному «полуволновому» распределению. Как правило, именно такие распределения наблюдаются в экспериментах **рис. 6а**. Однако для незначительной части резонаторов картина упругих деформаций и, соответственно, смещений может заметно отличаться от ожидаемого, не-

смотря на близкие к идеальным спектры АЧХ. На **рис. 6б** представлено распределение амплитуды колебаний по длине германиевого рентгенооптического элемента для составного резонатора кварц-германий.

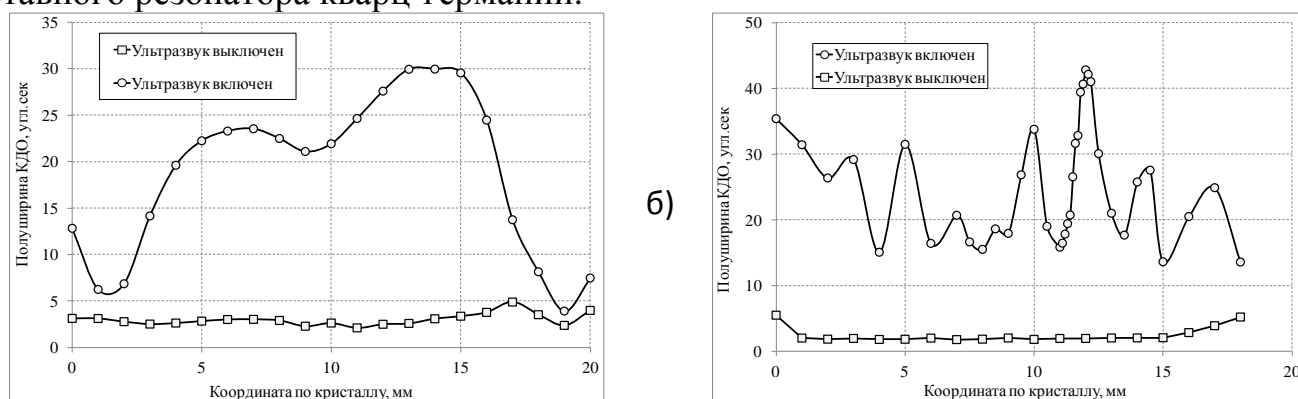


Рис. 6. Распределение полуширины кривой дифракционного отражения при включенном и выключенном ультразвуке, отражающее распределение амплитуды деформации а) для монолитного резонатора SiO_2 ; б) для составного резонатора $\text{SiO}_2 + \text{Ge}$.

Для выяснения наблюдаемых особенностей совместно с А.Н. Даринским были проведены специальные **численные расчеты** методом конечных элементов, который успешно применяется для изотропных сред [17]. Результаты расчетов показали, что в используемых составных резонаторах на самом деле возбуждаются смешанные колебания со смещениями по всем трем направлениям. Наибольшую амплитуду имеют продольные смещения, причем их зависимость от координаты Y достаточно точно описывается функцией $\cos(\pi y/L)$. Вместе с тем, колеблющаяся пластина совершает также смещения по осям X и Z , достигающие 10-15% амплитуды смещений по оси Y . Кроме того, смещения распределены неоднородно по толщине и ширине пластины. В результате устанавливается сложная картина распределения дисторсий по объему пластины, значительно отличающаяся от той, что предсказывает простая одномерная модель.

Таким образом, в пластинах составного РА резонатора распределение волнового поля определяется главным образом двумя факторами. Первым, определяющим фактором, является анизотропия пьезокристалла-преобразователя, что диктует ориентацию кристаллической пластины и, соответственно, выбор кристаллографического направления, вдоль которого распространяется ультразвуковая волна. Вторым фактором, согласно численным расчетам, является соотношение между толщиной, а также шириной оптического элемента и пьезокристалла-преобразователя. Причем варьируя эти параметры, можно добиваться требуемых параметров смещений. Так, например, для резонатора $\text{SiO}_2 + \text{Ge}$ методами численного моделирования получено распределение амплитуды ультразвукового смещения по координате x на поверхности $X=0$ (yz), показанное на **рис. 7а**. Полученное распределение показывает, что, несмотря на хорошее совпадение резонансных частот и учет упругой анизотропии полученное распределение не соответствует классическому полуволновому. Для проверки расчетов и визуализации обнаруженных неоднородностей была снята двухкристалльная дифрактограмма с использованием двумерного детектора от кристалла с близкими параметрами **рис. 7б**, при этом условия съемки были подобраны так, чтобы визуализировать смещения именно по координате x .

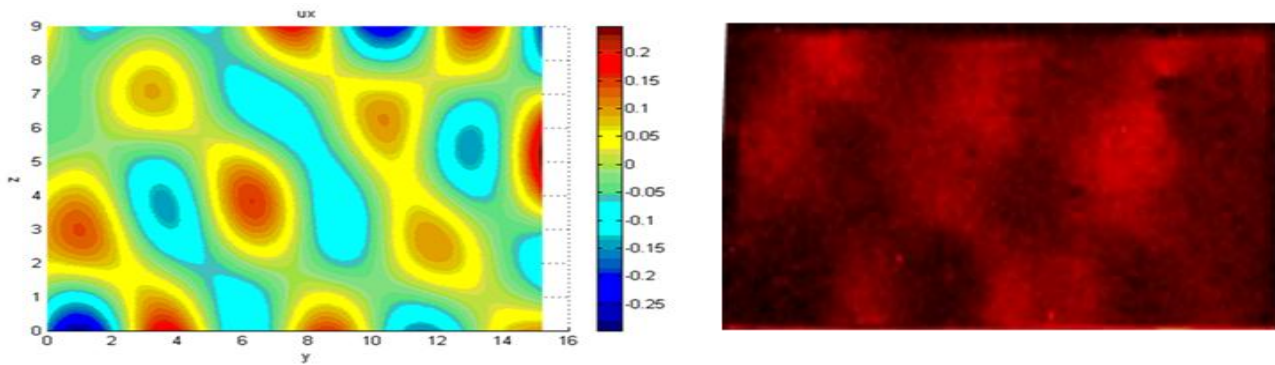


Рис. 7. Сравнение расчетов с экспериментальными данными. а) Рассчитанное методом конечных элементов распределение смещений кристаллической пластины Ge составного резонатора SiO_2+Ge с особыми параметрами по направлению x на поверхности кристалла уз. б) Двухкристальная дифрактограмма кристаллической пластины Ge составного резонатора SiO_2+Ge снятая с использованием двумерного детектора в геометрии Брэгга с включенным ультразвуком

Результаты трехмерного моделирования распределения амплитуды деформации показали хорошее качественное и количественное (амплитуда колебаний, частота резонанса составного резонатора, профиль распределения деформации по длине образца) согласие с экспериментальными результатами.

Таким образом, было показано, что установить четкие общие закономерности влияния геометрических размеров элементов резонатора на амплитуды «паразитных» смещений и однородность волнового поля по осям X и Z , не представляется возможным. Для каждого конкретного набора длин, толщин и ориентаций резонаторов целесообразно проводить численные расчеты.

В **главе 4** приведено описание разработанного РА дифрактометра, созданного на базе ТРС, который представляет собой принципиально новый экспериментальный комплекс для проведения РД и РА экспериментов с разрешением по времени. На **рис. 9** представлен общий вид и его главные элементы.

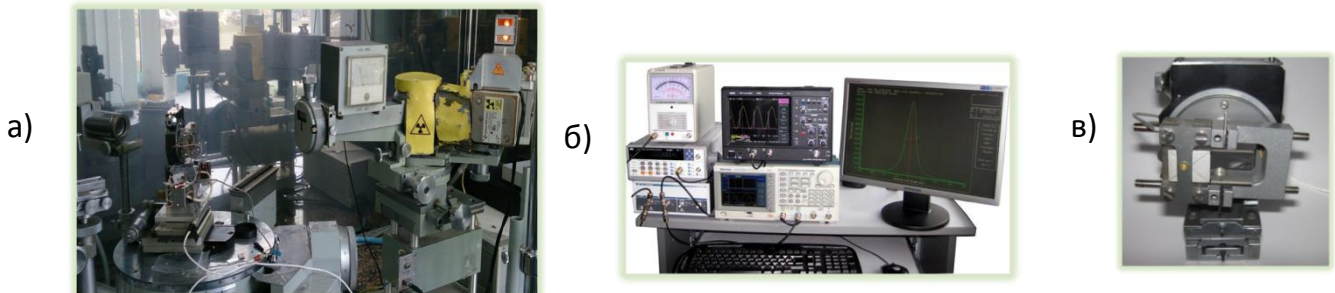


Рис. 9. а) Общий вид разработанного рентгеноакустического дифрактометра; б) Система возбуждения ультразвука и временного анализа рентгеновского сигнала; в) Кварцевый рентгеноакустический монохроматор;

Установка включала в себя акустический тракт – систему возбуждения и контроля ультразвуковых колебаний в кристаллах, а также блок АСВ подключенный к системе регистрации дифрагированного рентгеновского пучка, что дало возможность проводить измерения в трех режимах: интегральном, стробоскопическом и времяразрешающем. В **интегральном** режиме регистрируется суммарная интенсивность дифрагированного рентгеновского пучка по всем фазам ультразвуковых коле-

баний, при этом по форме и полуширине КДО можно судить об однородности колебаний и амплитуде деформации на локализованном участке кристалла. В *стробоскопическом* режиме регистрируется дифрагированный пучок в определенной фазе колебаний. Во *временноразрешающем* режиме с помощью многоканального анализатора, период ультразвукового колебания разбивается на каналы, что делает возможным регистрацию КДО за полпериода колебаний (~3мкс). Реальное быстродействие и точность ограничиваются интенсивностью рентгеновского пучка в течение таких малых интервалов времени. Использование мощных источников (например, СИ) позволит решить эту проблему.

Для апробации предложенного метода и схем были проведены сравнительные испытания в двухкристальной параллельной схеме дифракции рентгеновских лучей спектральной линии $MoK\alpha_1$ на двух типах образцов. Первый - качество изготовления которых близки к идеальным. На **рис. 10а** приведена КДО образца кристалла германия Ge (444), монохроматор SiO_2 (330) полученная традиционным методом без воздействия ультразвука. **Рис. 10б** измерение РА способом в схеме «источник-монохроматор-образец». РА элемент $[SiO_2(110)]$ – монокристаллический кварцевый резонатор. Углы Брэгга монохроматора и образца близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионность схемы дифракции.

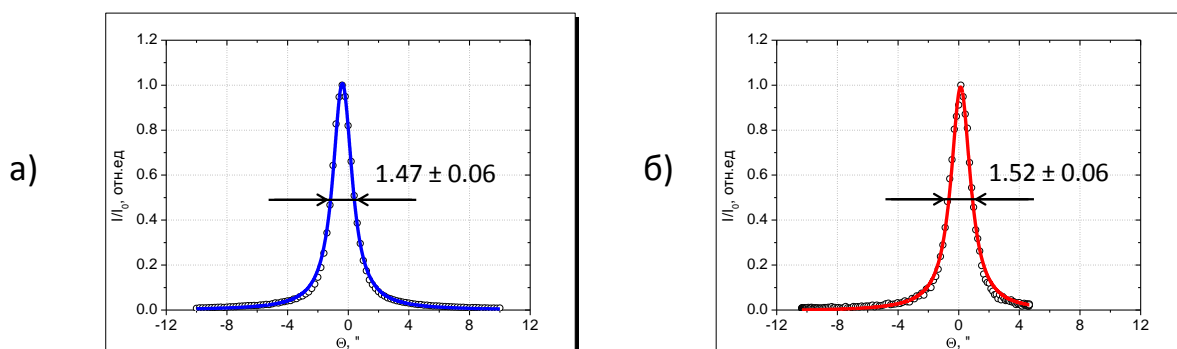


Рис. 10. КДО исследуемого образца кристалла германия, рефлекс Ge (444), полученная в схеме «источник-монохроматор-образец» в геометрии Брэгга. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) – измерение рентгеноакустическим способом. Рентгеноакустический элемент $[SiO_2(110)]$ – монокристаллический кварцевый резонатор

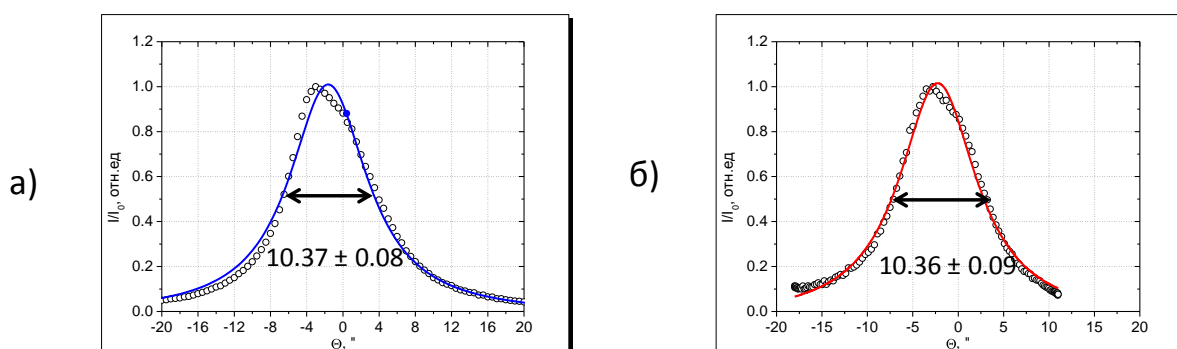


Рис. 11. КДО исследуемого образца кристалла фторида лития, рефлекс $LiF(200)$, полученная в схеме «источник-образец-анализатор» в геометрии Лауэ. (а) - традиционный метод без воздействия ультразвука; (б) – измерение рентгеноакустическим способом. Рентгеноакустический элемент $[SiO_2+Si(220)]$ – составной резонатор

Второй тип образцов - с структурными дефектами. На **рис. 11а** КДО исследуемого образца кристалла фторида лития, рефлекс $LiF(200)$, монохроматор $Si(220)$

полученная традиционным методом без воздействия ультразвука. **Рис. 11б**– измерение РА способом в схеме «источник-образец-анализатор» в геометрии Лауэ. РА элемент $[\text{SiO}_2+\text{Si} (220)]$ – составной резонатор. Углы Брэгга образца и анализатора близки по величине, что обеспечивало слабодисперсионность схемы дифракции.

В результате сравнительных испытаний предложенного (рентгеноакустического) и традиционного метода регистрации кривых дифракционного отражения установлено, что по основным параметрам разработанный прибор не уступает или превосходит традиционные рентгеновские дифрактометры. КДО, измеренные с помощью ультразвуковой развертки, по форме и полуширине хорошо соответствуют КДО, полученным при использовании механического способа измерения. Типичное время записи КДО с помощью РА методики не превышало 5 секунд и могло быть легко уменьшено с незначительными потерями в точности измерений, в то же время получение аналогичных кривых качения механическим способом с соответствующей точностью требует не менее 100 секунд.

В **Главе 5** приведены результаты исследования методом РА дифрактометрии характеристик кристаллов кремния, кварца, фторида лития и парателлурита в широком диапазоне амплитуд ультразвука. Такие исследования позволяют, во-первых, понять какие кристаллы и до каких предельных амплитуд можно использовать в качестве элементов РА оптики для управления рентгеновским пучком. Во-вторых, наблюдение эволюции РД характеристик в зависимости от амплитуды механических колебаний - это новые научные данные, способствующие пониманию динамики дефектообразования в кристаллах.

Для проведения экспериментов использовалась, параллельная схема двухкристалльной дифрактометрии показанная на **рис. 5**, а в качестве образцов были выбраны кристаллы, описанные в главе 3. РА элементы располагались на втором гониометре и использовались в качестве образцов-анализаторов (**рис. 1**). При этом с помощью линейной подвижки выбирались участки с максимальным уширением КДО. Каждому РА элементу подбирался кристалл-монохроматор с малой полушириной КДО, высокой яркостью отражений и близким или равным углом Брэгга, что обеспечивало слабодисперсионные или бездисперсионные условия рассеяния. При этом эксперименты проводились последовательно в интегральном, стробоскопическом и времяразрешающем режимах. Кристалл можно считать подходящим для использования в качестве управляющего элемента, в случае если уширение КДО в интегральном режиме линейно зависит от амплитуды УЗ воздействия, при этом уширения стробоскопических кривых не происходит, а отклик на включение-выключение УЗ практически мгновенен.

Ультразвуковые колебания в кристалле **кремния** возбуждались в схеме составного резонатора кварц-кремний SiO_2+Si рефлекс (220) геометрия Лауэ. Зарегистрированные зависимости полуширины КДО от мощности ультразвука, записанные в интегральном режиме, а также в фазах максимального растяжения и сжатия в стробоскопическом режиме показаны на **рис. 12**.

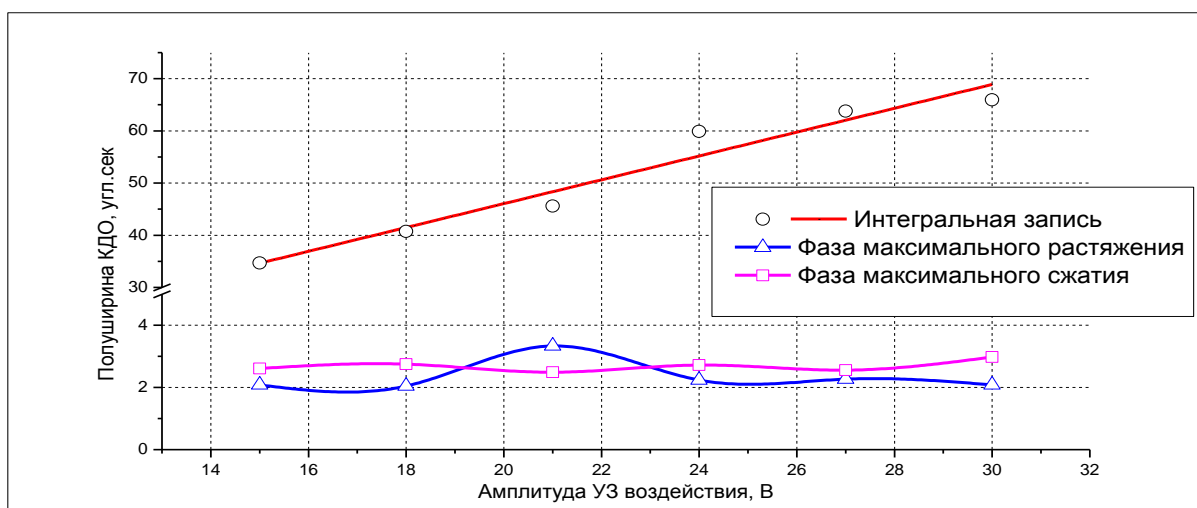


Рис. 12. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для рентгенооптического кристалла кремния в составном резонаторе $\text{SiO}_2+\text{Si}(220)$ Лауэ, (красная линия – интегральный по времени режим, синяя и фиолетовая линии записи в фазах максимального растяжения и сжатия соответственно)

Из рис. 12 видно, что реальные (мгновенные) кривые качания не меняют свою полуширину во всем используемом диапазоне ультразвуковых амплитуд вплоть до начала разрушения кристалла, которое наблюдалось при амплитудах деформаций $\sim 0.002\text{\AA}$. При этом использование развиваемого метода позволило оценить, что процесс разрушения занимает временной интервал менее 100 миллисекунд.

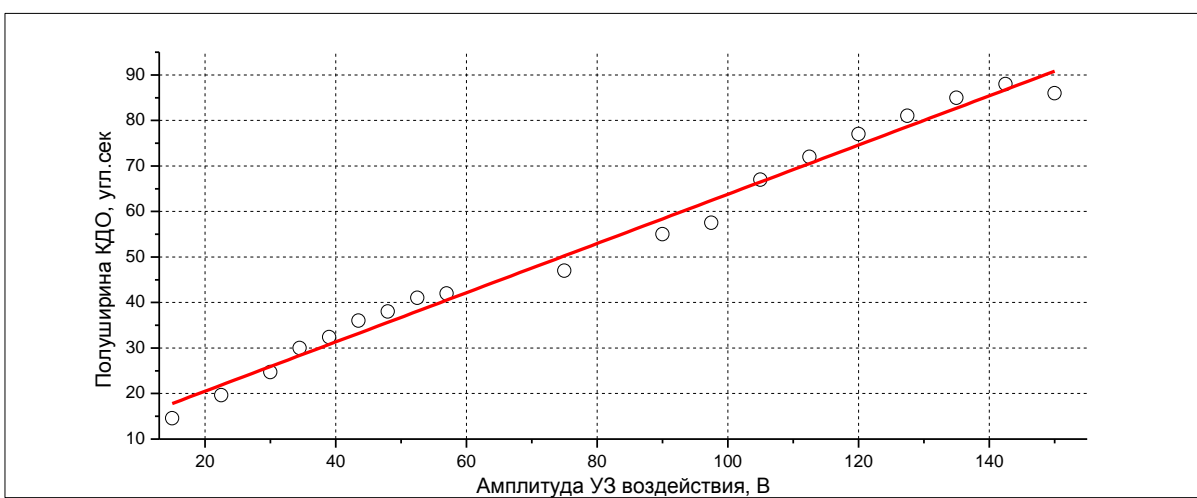


Рис. 13. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для монолитного рентгеноакустического элемента кварца (SiO_2) рефлекс $(\bar{2}20)$ геометрия Лауэ, записанная в интегральном режиме

Результаты, полученные в экспериментах монолитных резонаторов кварца рефлекс $\text{SiO}_2(220)$ геометрия Лауэ, схожи с кремнием (интегральный режим записи показан на рис. 13.), однако диапазон допустимых амплитуд оказался в пять раз шире и ограничивался возможностями используемой системы возбуждения ультразвука.

Другой характер носили зависимости, полученные для рентгенооптических кристаллов фторида лития $\text{LiF}(200)$ составного резонатора SiO_2+LiF . Следует отметить, что данные кристаллы обладали высокой дефектностью и неоднородностью, в

разных местах образцов, измеренные КДО существенно отличались друг от друга, и были уширены. Типичная зависимость полуширины КДО в интегральном режиме записи от амплитуды ультразвукового воздействия на сравнительно хороших участках кристалла показана на **рис. 14а**. На образцах с высокой степенью дефектности наблюдалось заметное уменьшение ширины кривой качания («улучшение качества») (**рис. 14б**).

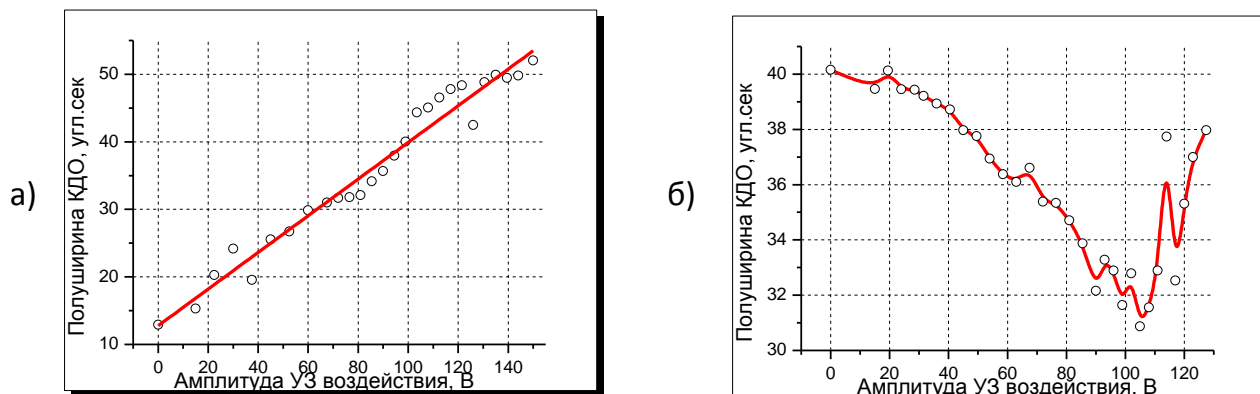


Рис. 14. Зависимость полуширины КДО от мощности ультразвукового воздействия для рентгенооптического кристалла фторида лития составного резонатора $\text{SiO}_2 + \text{LiF}$ записанная в интегральном режиме а) Кристалл с КДО 10с, б) Кристалл с КДО 40с

Была также обнаружена зависимость полуширины КДО от времени воздействия при постоянной величине амплитуды ультразвука. Пример таких зависимостей приведен на **рис.15**.

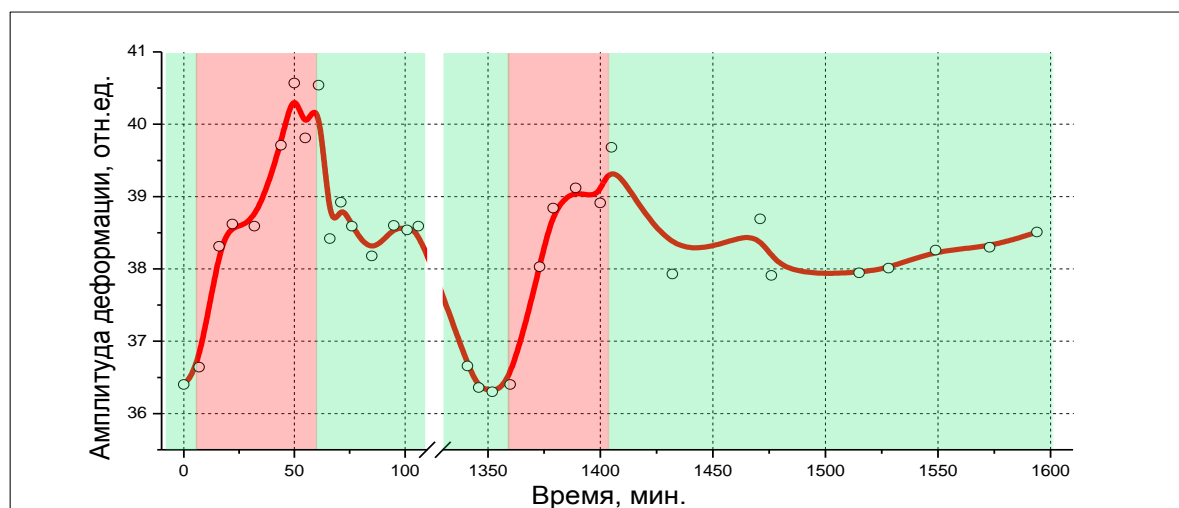


Рис. 15. Зависимость амплитуды деформации от времени воздействия ультразвука постоянной амплитуды для кристалла фторида лития составного резонатора $\text{SiO}_2 + \text{LiF}$ (200). Красные области – УЗ включен амплитуда 75 В, зеленые – выключен.

При возбуждении ультразвуковых колебаний в кристаллах фторида лития в отличие от кристаллов кремния и кварца в течение ~ 20 мин. происходит уширение КДО. При отключении ультразвука в кристалле наблюдаются две стадии релаксации: сначала кристалл быстро переходит в новое «квазистабильное» состояние, а затем через несколько часов происходит последующая релаксация до начального состояния.

В кристаллах **парателлурита** за участком с обычным линейным увеличением полуширины КДО от амплитуды ультразвукового воздействия следовал нелинейный участок (**рис. 16а**) с рядом экстремумов величины КДО. Следует отметить также заметное время установления стационарного значения ~ 30 -40 минут (**рис. 16б**).

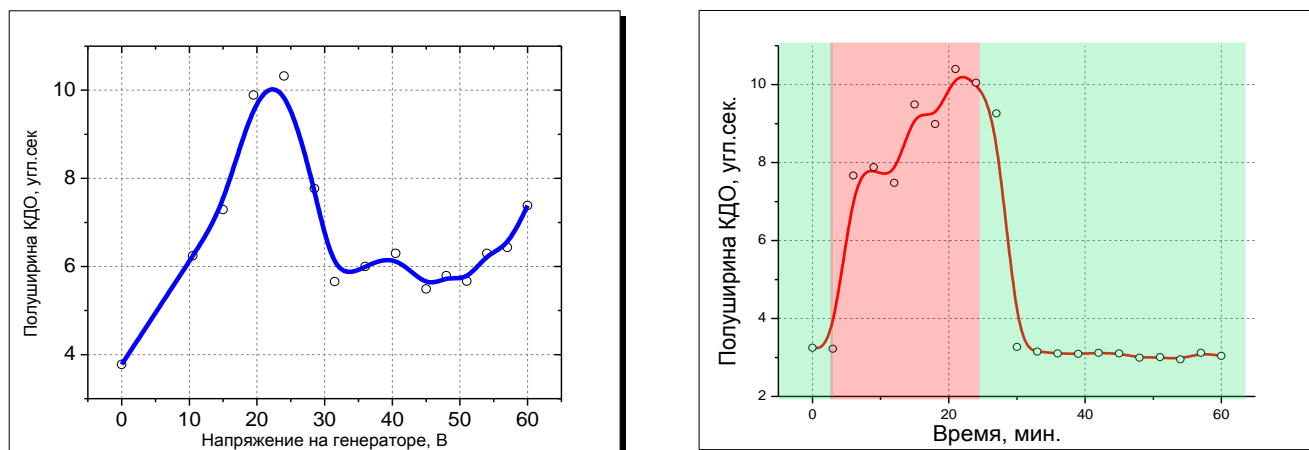


Рис. 16. Зависимость полуширины КДО монолитного рентгеноакустического элемента кристалла парателлурита TeO_2 записанная в интегральном режиме рефлекс 440 геометрия Брэгга а) от мощности ультразвукового воздействия б) от времени воздействия ультразвука. Красные области – УЗ включен, амплитуда 20 В, зеленые – выключен.

В результате проведенных экспериментов установлено, что кристаллы кремния и особенно кварца, безусловно, пригодны для использования в РА дифрактометрах, так как в широком диапазоне амплитуд ультразвукового воздействия не создается никаких искажений стробоскопических КДО и вплоть до разрушения никаких остаточных деформаций не наблюдается.

Впервые обнаруженные изменения РД характеристик в кристаллах фторида лития и парателлурита, свидетельствуют, по-видимому, об изменении внутренних напряжений во времени (и пространстве) из-за интенсивного образования (и релаксации) дефектов под УЗ воздействием.

Выводы и основные результаты работы.

1. Разработан РА метод исследования дефектной структуры кристаллов с временным разрешением до 10^{-3} - 10^{-5} с.
2. Разработан комплексный подход к созданию и тестированию РА элементов. Предложен, создан и исследован новый РА элемент – монолитный резонатор;
3. На основе предложенного метода РА управления рентгеновским пучком создан и апробирован основанный на ранее не используемых эффектах прибор - РА дифрактометр, причем предложены и реализованы две эффективные и удобные для использования схемы проведения экспериментов с использованием РА анализатора и РА монохроматора
4. Установлена высокая стабильность РД характеристик кварца и кремния в широком диапазоне ультразвуковых амплитуд, что обуславливает корректность и точность измерений РА способом с использованием данных кристаллов.

5. Впервые обнаружена необычная эволюция кривых дифракционного отражения при увеличении амплитуды ультразвуковых колебаний в кристаллах фторида лития и парателлурита, а также временная эволюция КДО при постоянной ультразвуковой амплитуде. Эти результаты свидетельствуют об изменении внутренних напряжений в результате образования и релаксации дефектов в этих кристаллах.

СПИСОК ЦИТИРУЕМЫХ РАБОТ

-
- [1] *Благов А.Е., Ковальчук М.В., Кон В.Г. и др. // ЖЭТФ. 2005. Т.128. Вып. 5(11). С. 893.*
- [2] *Благов А.Е., Ковальчук М.В. и др. // Кристаллография, 2008, Т.53. №3. С. 411 – 415*
- [3] *Благов А.Е., Ковальчук М.В. и др. // Кристаллография. 2006. Т.51. № 5. С. 779-784.*
- [4] *Shilo B., Lankin E., Zolotoyabko E., et al //Synchrotron radiation news, Vol15,№2,2002.*
- [5] *Энтин И.Р. // Письма в ЖЭТФ, 26, вып. 5, 392-395. 1977*
- [6] *Zolotoyabko E., Quintana J. P. // Rev. Sci. Instrum. 2004. V. 75. P. 699*
- [7] *Tiscoulou R., Roshchupkin D. et al//Nucl. Instr&Met in Phys. Res.B132 1997 p.207-213.*
- [8] *Навасардян М.А., Назарян Ю.Р.и др.//Изв.АН Арм.ССР,Физика,1979,т.14, в6, с.425.*
- [9] *Носик В.Л., Ковальчук М.В. // Поверхность, №1, 91-98 (2000).*
- [10] *Тяпунина Н.А., Зиненкова Г.М., Наими Е.К. Действие ультразвука на кристаллы с дефектами изд. МГУ, 1999 238с.*
- [11] *Пшеничнов Ю.П. Выявление тонкой структуры кристаллов. М:Металлургия 1974*
- [12] *Бушуева Г.В., Зиненкова Г.М. и др. //Кристаллография т.53, №3, с. 507-512, 2008*
- [13] *Спенсер У. // В кн.: Физическая акустика Мир, 1973. Т.У.-С.134-191.*
- [14] *Тяпунина Н.А., Красников В.Л. и др. // ФТТ, 2003, том 45, вып. 1 с.95-100*
- [15] *Кокер Э., Файлон Л. Оптический метод исследования напряжений, ОНТИ 1936*
- [16] *Балакиши В.И., Манцевич С.Н. // Акустический журнал, 2012, 58, 5, с. 600-609.*
- [17] *Андреев В.Г., Крит Т.Б., и др.// Акустический журнал, 2011, 57, 1, с. 3-12.*

Список авторских публикаций по теме диссертации:

1. М.В. Ковальчук, А.В. Таргонский, А.Е. Благов, И.С. Занавескина, Ю.В. Писаревский. «Новый метод измерения кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки», Кристаллография, 2011, том 56, № 5, с 886-889.
2. Рентгеноакустические резонаторы для управления пространственными характеристиками рентгеновского излучения, А.Е. Благов, А.Н. Даринский, М.В. Ковальчук, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, А.В. Таргонский, Акустический журнал, 2013, том 59, № 5, с. 561–568.
3. Патент (принято решение выдаче патента от 09 октября 2014 года) № 2013140994 (приоритет 06.09.2013). А.Е. Благов, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, А.В. Таргонский, М.В. Ковальчук, «Способ и устройство для регистрации кривых дифракционного отражения».
4. Благов А.Е., Писаревский Ю.В., Просеков П.А., Таргонский А.В., Элиович Я.А., Ковальчук М.В. «Новые возможности рентгеновской акустооптики» Вестник РФФИ, апрель-июнь 2014, № 2 (82) С. 14.
5. А.Е. Благов, М.В. Ковальчук, А.В. Таргонский, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков «Новый метод измерения кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью адаптивного рентгеноакустического кристалла-анализатора». 2ая школа молодых ученых по физике наноструктурированных материалов, Нижний Новгород 19-21 мая 2011г. стр. 60-66.
6. А.Е. Благов, М.В. Ковальчук, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, А.В. Таргонский «Измерение кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью адаптивного рентгеноакустического кристалла-анализатора». Третья международная молодежная школа "Современные методы анализа дифракционных данных" Великий Новгород 12-16 сентября 2011. с.33-35
7. А.Е. Blagov, M.V. Kovalchuk, A.V. Targonsky, Yu. V. Pisarevsky “A new method for measuring x-ray rocking curves by means of x-ray acoustooptics” XXII International Congress and General Assembly of the IUCr, Мадрид, Испания 22-30 Aug 2011. P325
8. А.Е. Благов, М.В. Ковальчук, П.А. Просеков, А.В. Таргонский, И.С. Занавескина «Новый метод измерения кривых дифракционного отражения в рентгеновской дифрактометрии с помощью ультразвуковой модуляции параметра решетки» VIII Национальная конференция РСНЭ-НБИК 14-18 ноября 2011г. с492.
9. A. Targonsky, A. Blagov, M. Kovalchuk, P. Prosekov, Yu. Pisarevsky «New Method for Measuring Rocking Curves in X- Ray Diffractometry for time resolving observation of the crystal defects by Ultrasonic Modulation of the Lattice Parameter». TRNMV 2012, P. 93.

10. A.V.Targonsky, M.V.Kovalchuk, A.E.Blagov, Yu.V.Pisarevsky, P.A.Prosekov "New method for Measuring rocking curves in X-ray diffractometry by ultrasonic modulation of the lattice parameter" третья Международная Школа PCnano-2011, 1-го по 14 октября 2011 года в Москве, Екатеринбург и Новосибирске. с.12
11. A.V.Targonsky, Blagov A.E., Kovalchuk M.V., Prosekov P.A., Pisarevsky Yu.V.«Development of the method for time resolving observation of the crystal defects by Ultrasonic Modulation of the Lattice Parameter»//ХТОР-2012. Saint-Petersburg, (15-20.09.2012). PP 243-244.
12. Писаревский Ю.В., Таргонский А.В., Благов А.Е., Ковальчук М.В. «X-ray acoustooptics, prospects and application» Wave Electronics and its Applications in Information & Telecommunication Systems, Saint-Petersburg, Russia 2012.p.24
13. A. Targonsky, A. Blagov, M. Kovalchuk, P. Prosekov, Yu. Pisarevsky “Possibilities of X-ray Beam Controlling by X-ray acousto-optics interaction”, 4th Russian-German Travelling Seminar PCnano-2012, Berlin-Hamburg-Grenoble PP.34-37.
14. A.V. Targonsky, A.E. Blagov, Yu.V. Pisarevsky, P.A. Prosekov, M.V. Kovalchuk Development of the method for time resolving observation of crystal defects by Ultrasonic Modulation 46th Course Future of Dynamic Structural Science, Italy, Erice, 2013. p.280
15. А.В. Таргонский, А.Е. Благов, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, Я.А. Элиович, М.В. Ковальчук «Рентгеноакустическая дифрактометрия для контроля электронных компонент и материалов» INTERMATIC-2013, Москва, 2 – 6.12.2013, Ч. 1, С. 32.
16. А.Е. Blagov, А.В. Targonsky, P.A. Prosekov, Yu.V. Pisarevsky, M.V. Kovalchuk «Development of the method for time resolving observation of Rocking curves by Ultrasonic Modulation of the lattice Parameter» RACIRI Summer School 2013, Petergof. P.17
17. А.В. Таргонский, А.Е. Благов, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, Я.А. Элиович, М.В. Ковальчук «Возможности рентгеноакустической дифрактометрии для исследования процессов дефектообразования в кристаллических материалах in situ» // "Кинетика и механизм кристаллизации", г.Иваново, 2014 г. С. 178.
18. А.В. Таргонский, А.Е. Благов, Ю.В. Писаревский, П.А. Просеков, Я.А. Элиович, М.В. Ковальчук «Возможности рентгеноакустической дифрактометрии для исследования кристаллов» // РНСиКС 2014 27-31 октября 2014, Санкт-Петербург, с.157
19. А.Е. Blagov, А.В. Targonsky, P.A. Prosekov, Yu.V. Pisarevsky, Ya.A. Eliovich, M.V. Kovalchuk “Observation of evolution of X-Ray rocking curves under ultrasonic loading” ХТОР-2014, France, Villar-de-Lans, p.51.