

**Сборник материалов конференции: XXIII Петербургские чтения по проблемам прочности", Санкт-Петербург, 10-12 апреля 2018 г, с. 35-37.**

**ПРЕИМУЩЕСТВА МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОГО ФАЗОВОГО КОНТРАСТА  
ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРОФИЛИРОВАННЫХ  
КРИСТАЛЛОВ САПФИРА**

Аргунова Т. С.<sup>1</sup>, Кон В. Г.<sup>2</sup>, Крымов В. М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН, г. С.–Петербург, Российская Федерация

<sup>2</sup>НИЦ "Курчатовский Институт", г. Москва, Российская Федерация

Газовые включения являются характерным дефектом кристаллов профилированного сапфира, выращенных по методу Степанова. Пузыри, имеющие микроскопические размеры, возникают в процессе роста кристаллов при определенных физико-химических условиях. Они ухудшают прочность и оказывают отрицательное влияние на оптические и электрические свойства. Зная природу микропузырей, можно определить условия роста, при которых их образование будет находиться под контролем. Для понимания природы дефектов необходима количественная информация. Определить размер микропузыря можно при помощи метода оптической микроскопии. Однако короткое фокусное расстояние объектива с высоким увеличением (например,  $\times 100$ ) ограничивает применения метода очень тонкими образцами. В некоторых исследованиях оптическую микроскопию сочетали с рентгеновской топографией [1, 2]. Топография обеспечивает большую глубину проникновения без разрушения образца и обладает высокой чувствительностью к деформации. В то же время разрешение этого метода невысокое. Дислокации кристаллической решетки, возникшие вследствие релаксации напряжений вокруг микропузырей, имеют широкие изображения, которые, перекрываясь между собой, делают невидимым вклад источников деформации.

В последние годы получил развитие альтернативный неразрушающий метод исследования микропор, а именно, рентгеновский фазовый контраст [3]. Источники синхротронного излучения (СИ) третьего поколения имеют малый угловой размер, что обеспечивает высокую пространственную когерентность пучка. Изменение толщины на несколько микрон, связанное с пустотой или газовым включением в твердом теле, может привести к заметному сдвигу фазы пучка СИ. На достаточно большом расстоянии от образца вдоль направления пучка интенсивность лучей становится неоднородной и ее можно зарегистрировать на пленку или детектор в условиях простой схемы эксперимента. Этот метод обычно называют методом фазового контраста, или методом на просвет [4]; по-другому его называют фазово-контрастной радиографией или "свободным прохождением" [5]. Количественный подход к изображениям включает определение фазы прямыми методами. В результате восстановления фазы получают информацию об объекте в реальном пространстве. Однако в некоторых случаях методы восстановления фазы не работают. Если поперечный размер микрообъекта составляет несколько микрон, его изображение измеряют в дальнем поле, т.е. на большом расстоянии  $z$  от образца. Такие изображения имеют увеличенный размер – больше, чем размер пиксела детектора, но слабые вариации интенсивности. Интенсивность можно увеличить путем использования розового пучка с широким спектром. Это, в свою очередь, приведет к значительному уменьшению контраста, до величин  $< 1\%$ . В таких

условиях методы восстановления фазы, основанные на уравнении Максвелла для когерентного излучения, не могут быть использованы.

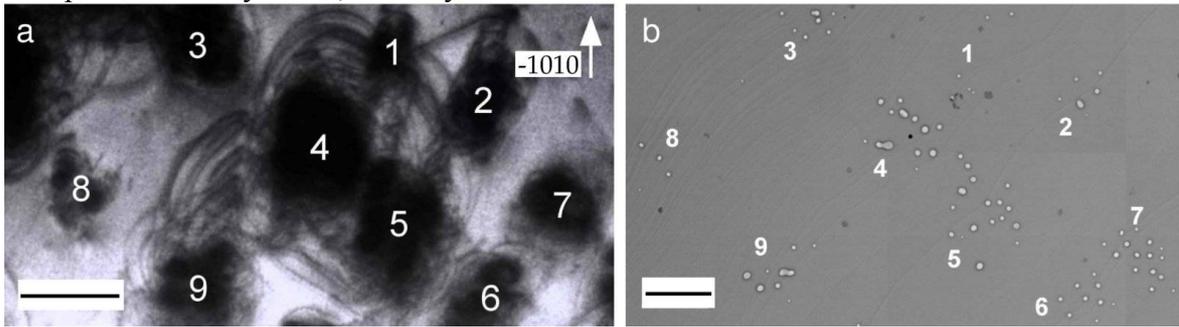


Рис. 1. (а) Рентгеновская топограмма в синхротронном излучении с длиной волны  $\lambda = 0.83 \text{ \AA}$ . Масштаб 0.3 мм. (б) Фазово-контрастное изображение на просвет.  $\lambda = 0.49 \text{ \AA}$ ;  $\Delta\lambda/\lambda = 0.01\%$ .  $z=25 \text{ см}$ . Масштаб 0.2 мм.

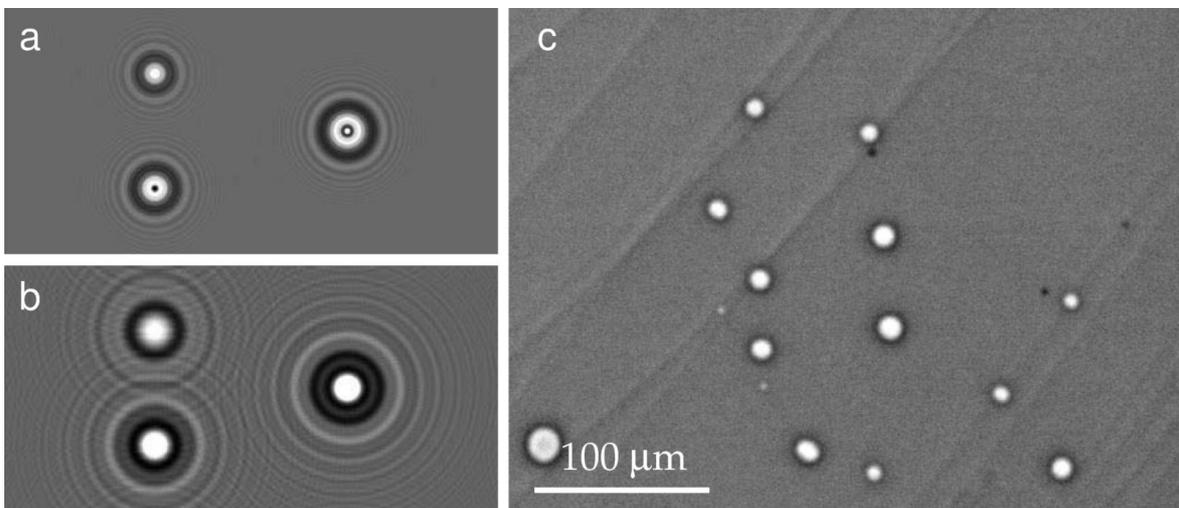


Рис. 2. (а, б) Расчетные изображения, полученные путем моделирования микропузырей с диаметром 6, 8 и 10 мкм в ближнем ( $z = 10 \text{ см}$ ) и дальнем ( $z = 50 \text{ см}$ ) поле. (с) Экспериментальное изображение в дальнем поле ( $z = 25 \text{ см}$ ).  $\lambda = 0.49 \text{ \AA}$ ;  $\Delta\lambda/\lambda = 0.01\%$ .

Тем не менее, всегда можно обработать экспериментальные изображения путем подгонки и определить размеры микрообъектов с помощью компьютерного моделирования [3, 6]. Мы использовали методы моделирования для изучения газовых включений, размер которых мал по сравнению с разрешением детектора.

На рис. 1 показаны рентгенотопографическое (а) и фазово-контрастное (б) изображения одной и той же области базисно-ограниченной ленты сапфира, выращенной по методу Степанова. Микропузыри вызывают сильную деформацию решетки и должны быть видны на топограммах. Однако изображения порожденной деформацией дислокации полностью экранируют источники напряжений. Фазовый контраст, напротив, не зависит от деформации и формируется за счет изменений толщины материала. Сопоставление изображений (а) и (б) на рис. 1 позволяет сделать однозначный вывод, что источниками дислокаций являются как группы, так и отдельные микропузыри. Поскольку фазово-контрастное изображение на рис. 1(б) получено в дальнем поле, размеры деталей не равны размерам пузырей. Для определения размеров следует выполнить компьютерное моделирование. Результаты представлены на рис. 2(а, б). Несмотря на то, что излучение от источника СИ малого размера ( $495 \text{ (H)} \times 29 \text{ (V)} \text{ мкм}^2$ ), расположенного на большом расстоянии от образца

(36 м), было монохроматизировано до  $\Delta\lambda/\lambda = 0.01\%$ , экспериментальное изображение на рис. 2(с) выглядит испорченным по неизвестной причине.

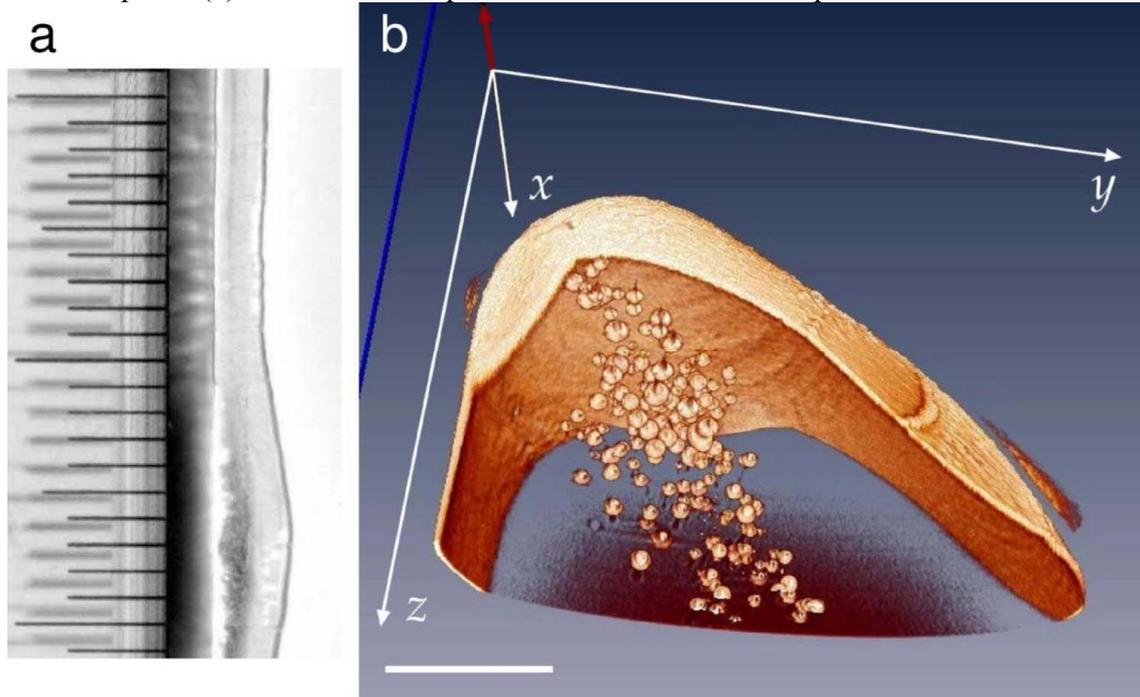


Рис. 3. (а) Фрагмент фотографии профилированного изделия из сапфира рядом с измерительной линейкой, цена деления которой равна 1 мм. (б) Трехмерная реконструкция изображения микропузырей в вершине изделия. Масштаб 200 мкм. Направление выращивания указано красной стрелкой. Метод компьютерной томографии в СИ.  $\lambda = 0.49 \text{ \AA}$ ;  $\Delta\lambda/\lambda = 0.01\%$ .

Действительно, детектор находился на довольно большом расстоянии  $z = 25 \text{ см}$  от образца; поэтому каждый пузырь мог иметь радиус, сравнимый с радиусом первой зоны Френеля  $r_1 = (\lambda z)^{1/2}$ . В условиях дальнего поля изображения имеют вид осцилляций интенсивности. Однако на экспериментальном изображении осцилляции не наблюдаются. В докладе мы объясняем возможные причины этого эффекта.

Метод компьютерной томографии был использован для реконструкции 3D изображений. Группа микропузырей, расположенных в остром конце изделия в виде длинного тонкого профиля на рис. 3(а), показана на рис. 3(б). Реконструкция выполнена на основе 270 двумерных проекций с полем зрения  $2560 \times 2160$  пикселей и размером пиксела  $0.32 \text{ мкм}$ . Результаты сопоставления данных разных методов свидетельствуют в пользу того, что методы рентгеновского фазового контраста и томографии имеют преимущества перед другими методами в определении размеров, формы и концентрации микропузырей в объеме кристаллов сапфира, не зависящие от их структурного совершенства.

### Литература

1. L. L. Kuandykov, S. I. Bakholdin, I. L. Shulpina et al. *J. Cryst. Growth* 275 (2005) e625.
2. С. И. Бахолдин, В. М. Крымов, А. В. Москалев и др. *Кристаллография* 53 (2008) 1150.
3. V. G. Kohn, T. S. Argunova. *Appl. Phys. Lett.* 91 (2007) 171901.
4. A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn et al. *Rev. Sci. Instrum.* 66 (1995) 5486.
5. P. Cloetens, R. Barrett, J. Baruchel et al. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 29 (1996) 133.
6. V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. *AIP Advances* 4 (2014) 097134.