

10,07

## Развороты моноблоков монокристалла во фронте ударной волны при измерении межплоскостного расстояния двумя линиями характеристического излучения

© В.В. Мохова<sup>1,2</sup>, Д.А. Волков<sup>1</sup>, А.В. Тилькунов<sup>1,2</sup>, Н.И. Орлов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Российский федеральный ядерный центр—Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Саров, Россия

<sup>2</sup> Саровский физико-технический институт Национального исследовательского ядерного университета „МИФИ“, Саров, Россия

E-mail: vvmokhova@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 30 июня 2014 г.

В окончательной редакции 2 октября 2014 г.)

Приведены результаты импульсных рентгенодифракционных исследований структуры ударно-сжатых монокристаллов фтористого лития двумя линиями  $K_\alpha$  и  $K_\beta$  характеристического излучения Мо. Рентгенодифракционные картины ударно-сжатых монокристаллов указывают на то, что во фронте ударной волны происходит разворот моноблоков на  $\sim 3^\circ$  как в области пластического течения, так и в упругой области. Игнорирование этого явления приводит к ошибкам в интерпретации полученных результатов.

Рентгенодифракционные исследования структуры ударно-сжатых кристаллов в момент прохождения ударного фронта являются пока единственным прямым способом изучения поведения структуры вещества на микроскопическом уровне непосредственно за ударным фронтом и обеспечивают прямое измерение с высоким разрешением межплоскостного расстояния решетки кристаллической структуры.

По закону Вульфа—Брэгга рентгеновские лучи, отраженные от атомных плоскостей, при интерференции усиливаются, если разность хода отраженных лучей равна целому числу длин волн

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (1)$$

где  $\lambda$  — длина волны характеристического излучения,  $d$  — межплоскостное расстояние,  $\theta$  — угол между лучом и отражающей плоскостью решетки,  $n$  — порядок дифракции.

Рентгеновские лучи дифрагируют под углом, равным падающему углу (по отношению к плоскостям решетки).

При сжатии решетки межплоскостные расстояния уменьшаются. Условие брэгговской дифракции тогда удовлетворяет другому углу, соответствующему новому межплоскостному расстоянию.

По сдвигу дифракционного пика сжатой структуры  $\Delta\theta$  относительно дифракционного пика исходной структуры с известным брэгговским углом  $\theta_0$  дифракции определялся угол  $\theta_d$  дифракционного пика сжатой структуры. Межплоскостное расстояние сжатой структуры  $d_d$  определялось с помощью формулы (1). Сравнивая отношение  $d_0/d_d$  и величину объемного сжатия, полученную из адиабаты Гюгонио  $\sigma = D/(D - u)$ , для исследуемого кристалла, можно делать вывод о степени релаксации

решетки, где  $D$  — скорость ударной волны,  $u$  — массовая скорость.

Цель исследований — регистрация состояний решетки при переходе от одномерно сжатой решетки к релаксированной — изотропно сжатой.

В конце 60-х и начале 70-х годов прошлого века были зарегистрированы первые рентгенодифракционные картины ударно-сжатых кристаллов: поликристаллов Al советскими учеными [1], монокристаллов LiF, BN американскими учеными [2–4]. Результаты исследований продемонстрировали сохранение кристалличности, дальнего порядка за фронтом ударной волны. Была получена информация о межплоскостном расстоянии в кристалле в динамически сжатом состоянии, а также зарегистрирована новая фаза за фронтом ударной волны [4].

Позднее опубликованные данные различных научных центров указывали как на переходные состояния решетки [5], так и на изотропно сжатую решетку [6,7], и на одномерно сжатую решетку [8–14] за фронтом ударной волны.

Отличие нашей постановки эксперимента состоит в том, что мы используем две линии  $K_\alpha$  ( $\lambda = 0.71 \text{ \AA}$ ) и  $K_\beta$  ( $\lambda = 0.632 \text{ \AA}$ ) характеристического излучения Мо (почти все иностранные исследователи работают на монохроматическом излучении) и расстояние от источника излучения до образца у нас много больше (от 3 до  $10^3$  раз), чем у других исследователей. При таком расстоянии от фокуса до исследуемого образца угол облучения образца составляет  $\sim 0.1^\circ$ . Использование двух линий Мо ( $K_\alpha$  и  $K_\beta$ ) дает дополнительную информацию при изучении ударно-сжатой структуры.

Результаты наших исследований показывают также возможные ошибки в интерпретации рентгенодифракционных картин.

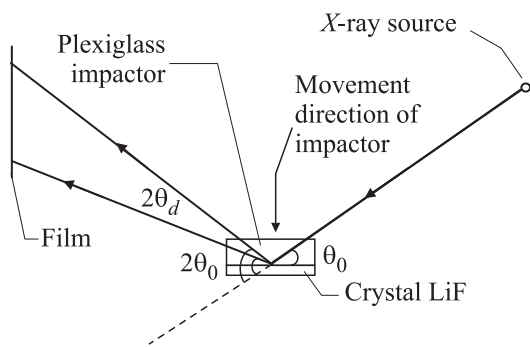


Рис. 1. Схема съемки с точечным источником излучения.

При исследовании монокристаллического LiF образец ориентации  $\langle 100 \rangle$  выкалывался так, чтобы кристаллографическое направление  $\langle 100 \rangle$  было перпендикулярно изучаемой поверхности. При торможении ударника об исследуемую поверхность образца генерировалась ударная волна, сжимающая образец в кристаллографическом направлении  $\langle 100 \rangle$ . Отклонение от параллельности между плоскостью фронта ударной волны и исследуемой кристаллографической плоскостью находилось в интервале углов  $\pm 1^\circ$ .

Положение дифракционного пика определялось координатой максимума его оптической плотности. Точность измерения межплоскостного расстояния находилась в пределах интервала углов  $\pm 0.05^\circ$ , относительная погрешность измерения межплоскостного расстояния не хуже 0.5%. Величина объемного сжатия определялась исходя из адиабаты Гюгонио для исследуемого кристалла. Точность определения величины объемного сжатия 5%.

В наших экспериментах расстояние от анода рентгеновской трубки до образца  $\sim 600$  мм, от образца до рентгенпленки  $\sim 200$  мм, для точечного источника излучения угол облучения монокристалла  $\sim 0.1^\circ$ . При таком угле облучения исходных монокристаллов (рис. 1) условие Брэгга удовлетворяется только для одной длины волны излучения и только для одной группы плоскостей в зависимости от угла падения рентгеновских лучей: регистрируется отражение либо линии  $K_\alpha$ , либо линии  $K_\beta$  (например, отражение  $(200) K_\beta$ , рис. 2, *a*). В верхней части пленки был расположен циркониевый фильтр, который поглощал тормозное излучение и излучение  $K_\beta$ -линии и использовался для уточнения излучения рефлексов.

Но на динамических снимках (рис. 2, *b*) в наших экспериментах зарегистрированы отражения пары линий  $K_\alpha$  и  $K_\beta$ , и расстояние между углами отражений  $2\Delta\theta$ , как в случае поликристаллической съемки, составляет

$$2\Delta\theta = 2\theta_d - 2\theta_0. \quad (2)$$

Для проверки этого результата была проведена замена материала анода: молибден заменили на вольфрам. На пленке были зарегистрированы отражения  $K_\alpha$  и  $K_\beta$

вольфрама, угловое расстояние между которыми  $2\Delta\theta$  соответствовало формуле (2).

Было сделано предположение, что в ударно-сжатом кристалле происходит разворот кристаллитов, при котором часть кристаллитов оказывается в отражающем положении.

Тот факт, что на динамическом снимке (рис. 2, *b*) зарегистрированы отражения от двух линий излучения  $(200) K_\alpha$  и  $(200) K_\beta$  ( $\lambda_{K_\alpha} = 0.71 \text{ \AA}$ ,  $\lambda_{K_\beta} = 0.632 \text{ \AA}$ ), можно объяснить существованием процесса разориентировки моноблоков. Появлялись кристаллиты, расположенные под брэгговским углом для двух различных длин волн  $\lambda_{K_\alpha}$  и  $\lambda_{K_\beta}$  (для плоскости  $(200)$  LiF  $\theta_{0_\alpha} = 10.16^\circ$  и  $\theta_{0_\beta} = 9.034^\circ$ ).

Для определения угла разворота моноблоков на предварительном снимке регистрировалось слабое размытое отражение от тормозного излучения, при котором угол падения луча равен углу его отражения. На динамическом снимке были зарегистрированы отражения как от тормозного излучения, так и от характеристического излучения линий  $K_\alpha$  и  $K_\beta$ . Угол разворота кристаллитов определялся по формуле поликристаллической съемки как половина разности углов между отражениями от тормозного и характеристического излучения. Максимальный угол разворота кристаллитов во фронте ударной волны, при котором зарегистрированы яркие отражения  $(200) K_\alpha$  и  $(200) K_\beta$  равен  $\sim 2.7^\circ$ , но не исключено, что угол разворота кристаллов значительно больше. При этом многочисленные опыты показали, что монокристалл в ударной волне не становится поликристаллом, угол разворота кристаллитов за фронтом ударной волны составляет менее  $20^\circ$ .

Подобные рентгенодифракционные картины ударно-сжатых монокристаллов LiF, NaCl, KCl зарегистрированы в области давлений  $P = 2\text{--}15$  GPa [7].

Результаты исследования поведения структуры ударно-сжатых монокристаллов Si, SiO<sub>2</sub>, LiF в упругой обла-

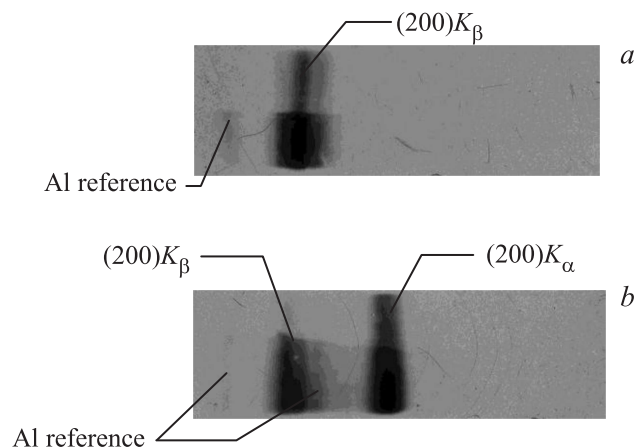


Рис. 2. Рентгенодифракционные снимки отражений  $(200) K_\alpha$  и  $(200) K_\beta$  для монокристалла LiF ( $P_{\text{LiF}} = 0.5$  GPa), *a* — предварительный, *b* — динамический снимок.

сти деформаций [10] (ниже упругого предела текучести) также продемонстрировали появление двух линий:  $K_\alpha$  и  $K_\beta$ . Это обстоятельство указывает на процесс разориентировки монокристаллов вещества во фронте ударной волны в области чисто упругих деформаций и подтверждает необходимость использования „поликристаллической“ формулы (2).

Японские исследователи, работавшие с двумя линиями излучения  $K_\alpha$  и  $K_\beta$  молибдена, также пришли к выводу о развороте кристаллитов в ударной волне [5].

Разворот кристаллитов в ударной волне не всегда учитывается при интерпретации результатов различными исследователями [8,9,11,12]. Для определения угла отражения от динамической структуры использовали формулу

$$\Delta\theta = \theta_d - \theta_0, \quad (3)$$

получая завышенные почти вдвое значения углов Брэгга и, следовательно, завышенные величины сжатия структуры по сравнению со значениями, полученными из адиабаты Гюгонио.

Использование формулы (2) при интерпретации этих же результатов приводит к выводу об изотропном сжатии решетки. Величина сжатия находится в хорошем согласии со сжатием  $\sigma = D/(D - u)$ , полученным из адиабаты Гюгонио.

Рассмотрим, например, результаты исследования монокристалла кремния [13], ударно-сжатого с помощью лазерной генерации ударных волн в направлении сжатия  $\langle 100 \rangle$ , где использовалась широкоугольная схема съемки и монохромное излучение  $\lambda = 1.85 \text{ \AA}$ . Зарегистрированные отражения (040) оставались на прежнем месте, а отражения (004) смещались в зависимости от сжатия, демонстрируя упругое сжатие 4.3, 6.4 и 11% (единичный случай). Учитывая, что упругий предел Гюгонио для кремния, при котором максимальное упругое сжатие составляет  $\sim 4.5\%$ , равен 8.4 GPa, авторы объясняли большие величины упругого пересжатия близостью к области генерации ударной волны, малым количеством и слабой подвижностью дислокаций в кремнии.

В нашем случае, предполагая разворот монокристаллитов и угловое расстояние между углами  $2\theta$ , при пересчете углов получаем другие величины сжатия:  $\sim 3$ ,  $\sim 4$  и  $\sim 7\%$ , что более соответствует давлению и сжатиям в упругой области (более высокая точность вычисленного сжатия требует учета сдвига области отражения в предположении поликристаллической схемы съемки).

Наши выводы легко проверить, прикрыв от излучения область предполагаемого отражения. Если в этом случае на снимке будет зарегистрировано отражение от динамически сжатой структуры, то это и будет подтверждением необходимости использовать формулу (2) для расчета углов.

Еще более поразительны исследования авторов [14], зарегистрировавших отражения от упруго-сжатых ОЦК- и ГПУ-решеток после фазового превращения в железе.

Фазовое превращение — глобальная перестройка структуры для релаксации упругих напряжений. Сохранение упругого сжатия двух решеток после фазового превращения свидетельствует об отсутствии релаксации. Учет разворота кристаллитов устраняет это недоумение.

Таким образом, зарегистрированные рентгенодифракционные картины ударно сжатых монокристаллов фтористого лития демонстрируют разворот монокристаллов монокристалла на угол  $\sim 3^\circ$  за фронтом ударной волны.

Полученные результаты указывают на необходимость использования „поликристаллической“ схемы расчета углов и в области упругих деформаций, а также на возможные ошибки в интерпретации рентгенодифракционных картин.

## Список литературы

- [1] Л.А. Егоров, Э.В. Ниточкина, Ю.К. Орекин. Письма в ЖЭТФ **16**, 8 (1972).
- [2] Q. Johnson, A. Mitchell, L. Evans. Nature (London) **231**, 310 (1971).
- [3] Q. Johnson, A.C. Mitchell. Phys. Rev. Lett. **29**, p 1369, (1972).
- [4] Q. Johnson, A.C. Mitchell, L. Evans. Appl. Phys. Lett. **21**, 29 (1972).
- [5] K. Kondo, A. Sawaoka, S. Saito. In: High pressure science and technology. Proc. VI AIRAPT Conf. / Eds by K.D. Timmerhaus, M.S. Barber. Plenum, N.Y. (1979). V. 2. P. 905.
- [6] T. d'Almeida, Y.M. Gupta. Phys. Rev. Lett. **85**, 2, 330 (2000).
- [7] Л.А. Егоров, А.И. Баренбойм, Н.Г. Макеев, В.В. Мохова, В.Г. Румянцев. ЖЭТФ **103**, 1, 135 (1993).
- [8] F. Jamet, F. Bauer. In: High pressure science and technology. Proc. VII AIRAPT Conf. / Eds B. Voldar, Ph. Mergaue. Pergamon, Oxford (1980). V. 2. P. 974.
- [9] F. Muller, E. Schulte. Z. Naturforsch. **33a**, p 918 (1978).
- [10] Л.А. Егоров, А.И. Баренбойм, В.В. Мохова, А.И. Самойлов. ЖХФ **14**, 2–3, 100 (1995).
- [11] A. Loveridge-Smith, A. Allen, J. Belak, T. Boehly, A. Hauer, B. Holian, D. Kalantar, G. Kyrala, R.W. Lee, P. Lomdahl, M.A. Meyers, D. Paisley, S. Polaine, B. Remington, D.C. Swift, S. Weber, J.S. Wark. Phys. Rev. Lett. **86**, 2349 (2001).
- [12] J.S. Wark, R.R. Whitlock, A. Hauer, J.E. Swain, P.J. Solone. Phys. Rev. B **35**, 9391 (1987).
- [13] D.H. Kalantar, A.M. Allen, F. Gregori, B. Kad, M. Kumar, K.T. Lorenz, A. Loveridge, M.A. Meyers, S. Pollaine, B.A. Remington, J.S. Wark. In: AIP Conf. Proc. „Shock compression of condensed matter“ / Eds M.D. Furnish, N.N. Tradhani, Y. Horie. Atlanta, Georgia (2001). P. 615.
- [14] D.H. Kalantar, G.W. Collins, J.D. Colvin, H.M. Davies, J.H. Eggert, J. Hawreliak, H.E. Lorenzana, M.A. Meyers, K. Rosolankova, M.S. Schneider, J. Sheppard, J.S. Stolken, J.S. Wark. In: AIP Conf. Proc. „Shock compression of condensed matter“ / Eds M.D. Furnish, M. Elert, T.P. Russell, C.T. White. Baltimore, Maryland (2005). P. 240.