

На правах рукописи



Поликарпов Максим Валерьевич

**АЛМАЗНЫЕ ПРЕЛОМЛЯЮЩИЕ ЛИНЗЫ ДЛЯ
ЛАЗЕРОПОДОБНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИСТОЧНИКОВ**

Специальность 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной
физики

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Калининград – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта».

Научный руководитель **Снигирев Анатолий Александрович**
кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией рентгеновской оптики Балтийского федерального университета им. И. Канта.

Официальные оппоненты: **Асадчиков Виктор Евгеньевич**
доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией рефлектометрии и малоуглового рассеяния федерального научно-исследовательского центра «Кристаллография и фотоника», г. Москва;

Бушуев Владимир Алексеевич
доктор физико-математических наук, профессор, профессор по кафедре физики твердого тела Физического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, г. Москва.

Ведущая организация Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва.

Защита состоится 20 апреля 2017 года в 15.00 на заседании диссертационного совета Д 520.009.01 на базе НИЦ «Курчатовский институт» по адресу: 123182, г. Москва, пл. Академика Курчатова, д.1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте www.nrcki.ru

Автореферат разослан «__» _____ 2017 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
к.ф.-м.н.



А.В. Мерзляков

Актуальность темы

За время, прошедшее с момента открытия рентгеновских лучей в 1895 году, было придумано множество возможностей для их использования. На сегодняшний день, сложно даже представить области науки и техники, развитию которых не поспособствовало бы применение методов рентгеновского анализа. Простой пример – полупроводниковая промышленность, где процесс получения высокосовершенного кремния и технологических решений на его основе был теснейшим образом связан с применением рентгеновских лучей.

Для того, чтобы рентгеновские методы исследований были эффективными, в большинстве случаев необходим микро-размерный сфокусированный пучок рентгеновского излучения, так как получаемое при этом высокое пространственное разрешение особенно полезно для исследования nano-структур и объектов со сложным строением. Поэтому, для уменьшения размеров пучка рентгеновских лучей совершенствовались как источники рентгеновского излучения, которые проделали путь от лабораторных трубок до синхротронных источников IV-го поколения, так и методы фокусировки рентгеновского излучения. Развитие фокусирующих рентгеновских устройств было представлено изобретением конусных капилляров, изогнутых рентгеновских зеркал и многослойных структур, френелевских зонных пластин и брэгг-френелевской оптики. В этом списке легко заметить отсутствие преломляющих линз, используемых человечеством с античных времен для фокусировки электромагнитного излучения в видимом диапазоне длин волн. При открытии своих лучей В.К. Рентген пытался сфокусировать излучение стеклянной линзой и, не достигнув успеха, постулировал невозможность фокусировки рентгеновского излучения ввиду его слабой способности преломляться в материале. Однако, спустя почти 100 лет, в 1996 году преломляющие рентгеновские линзы были реализованы на практике и позволили производить фокусировку в микро- и nano-метровые размеры. В отличие от фокусирующих устройств,

основанных на эффекте отражения, рентгеновские линзы не меняют направления распространения рентгеновского излучения, что значительно упрощает процесс их эксплуатации. Они прочно вошли в инструментарий современных синхротронных источников, дополнив большинство рентгеноструктурных методов анализа.

На сегодняшний день, линзы могут иметь различную форму – планарную или элемента вращения; со сферическим, параболическим, или кино-формным профилем. Они, также, могут изготавливаться из широкого спектра низко-поглощающих элементов - кремния, алюминия, бериллия, полимеров и стеклоподобного углерода. Однако, ввиду общемировой тенденции перехода на высокомоощные источники синхротронного излучения и рентгеновские лазеры на свободных электронах, возникает острая потребность в рентгенооптических элементах, изготовленных из материалов, способных выдерживать пиковые тепловые и радиационные нагрузки, сохраняя фокусирующие и изображающие свойства. Алмаз полностью удовлетворяет данным требованиям при наличии соответствующей технологии производства линз. Данная работа была посвящена теоретическому описанию, разработке и апробации элементов преломляющей оптики – линз - из моно- и поликристаллического алмаза.

Цель работы и научные задачи

Целью настоящей работы являлось создание длиннофокусных алмазных линз для приема и передачи излучения от синхротронных источников 3-го и 4-го поколений большой мощности. Для этого линзы должны обладать высоким качеством материала и профиля, большой апертурой и шириной.

Решались следующие научные задачи:

1) Выбор оптимальных алмазных материалов и технологии обработки алмаза для производства рентгенооптических элементов. Изготовление тестовых образцов линз с различными параметрами и формой из моно- и

поликристаллического алмаза. Исследование и оптимизация влияния различных параметров производственного процесса лазерной абляции на качество получаемой вогнутой поверхности линз.

2) Характеризация изготовленных рентгенооптических элементов методами неразрушающего контроля для анализа качества профиля и свойств материала. Проведение сравнительного анализа преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов. Проверка совершенства и оптической производительности линз на источниках синхротронного излучения третьего поколения.

3) Исследование влияния на рентгенооптические свойства линзы моно- и поликристаллической структуры материала алмаза. Проведение соответствующих экспериментов. Анализ преимуществ, недостатков и границ применимости того или иного типа материала.

4) Исследование влияния возможных искажений профиля поверхности преломляющей линзы на её оптические свойства.

5) Исследование дополнительных приложений алмазной преломляющей оптики для использования на источниках рентгеновского излучения.

Научная новизна и практическая значимость

В данной работе впервые продемонстрирована возможность изготовления рентгеновских преломляющих линз с большой апертурой (более 1 мм) с помощью лазерной абляции моно- и поликристаллического алмаза. Выявлено и оптимизировано влияние различных параметров производственного процесса лазерной абляции на качество получаемой вогнутой поверхности. Показана эффективность передачи рентгеновского излучения изготовленными алмазными линзами в режиме фокусировки. Впервые проведены эксперименты по рентгеновской микроскопии с использованием алмазных преломляющих линз.

Так как алмазные преломляющие линзы являются принципиально новым объектом исследований, в работе был подробно изучен вопрос

метрологии вогнутой поверхности линз неразрушающими методами контроля, произведен сравнительный анализ преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов, предложены рекомендации по их применению. Впервые методами теоретических расчетов и компьютерного моделирования исследовано влияние возможных искажений профиля поверхности преломляющей линзы на её оптические свойства. Используя данный подход, показана связь поступательного и периодического отклонений профиля поверхности линзы с размерами и яркостью формируемого изображения.

В работе впервые системно исследован вопрос и сделаны количественные оценки негативного влияния рассеяния рентгеновского излучения атомной периодической структурой монокристаллического материала линзы на ее фокусирующие свойства.

В диссертационной работе предложены, разработаны и реализованы новые методы фильтрации и регистрации высших гармоник рентгеновского излучения. Данный результат уже сегодня имеет важное практическое применение.

В целом, выполненная работа доказывает, что реализованные лазерные технологии обеспечивают прямой способ изготовления алмазных преломляющих линз с большой апертурой, высоким качеством профиля и субмикронной шероховатостью поверхности. Оптические свойства алмаза, в сочетании с его тепловыми свойствами (высокая теплопроводность, низкий коэффициент расширения, высокая температурная стабильность) позволяют применять такие линзы на высокомошных пучках современных и будущих источников рентгеновского излучения.

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Широко используемые, общепризнанные и современные экспериментальные методы исследования обеспечили достоверность научных результатов, представленных в настоящей работе. Все результаты,

полученные в работе, обладают воспроизводимостью и хорошо согласуются с современными теоретическими представлениями. Они не противоречат известным ранее литературным данным и дополняют их. Результаты работы были неоднократно опубликованы в реферируемых международных журналах и апробированы на профильных международных научных конференциях, семинарах и школах.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Продемонстрирована практическая возможность применения лазерной абляции к производству алмазных преломляющих рентгеновских линз. Установлено, что абляция лазерами с пикосекундной длительностью импульса позволяет изготавливать планарные, одиночные и двумерные линзы с апертурами более 1 мм. При этом, шероховатость обрабатываемой поверхности имеет среднее значение 1 мкм (среднеквадратичное отклонение). Показано, что при использовании лазеров с фемтосекундной длительностью импульса улучшается качество поверхности линзы: шероховатость уменьшается до 0.3 мкм. Продемонстрирована возможность пост-обработки поверхности алмазных линз сфокусированным ионным пучком. Показано, что при такой обработке значение шероховатости может быть снижено до значений, порядка нескольких десятков нанометров.
2. Так как алмазные преломляющие линзы являются принципиально новым объектом исследований, в работе был подробно изучен вопрос метрологии вогнутой поверхности линз неразрушающими методами контроля, произведен сравнительный анализ преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов, предложены рекомендации по их применению. Установлено, что лазерная конфокальная микроскопия является достаточным методом неразрушающего контроля профиля поверхности линзы, так как позволяет наиболее быстро (10-30 сек на один образец) восстанавливать профиль линзовой поверхности с точностью до 0.5

нм (одновременно в вертикальном и латеральном направлениях) в большом интервале наблюдений (порядка нескольких миллиметров).

3. Показана эффективность передачи рентгеновского излучения изготовленными алмазными линзами в режиме фокусировки. Впервые проведены эксперименты по рентгеновской микроскопии с разрешением 1 мкм с использованием алмазных преломляющих линз.

4. Изучены преимущества и недостатки моно- и поликристаллического типов алмазного материала. Продемонстрировано, что поликристаллический материал, из-за своей зернистой структуры, вносит локальные возмущения в волновой фронт излучения, передаваемого преломляющей линзой. Это оказывает негативное влияние на оптическую производительность линзы. Показано, что данное влияние полностью устраняется при использовании монокристаллической формы алмаза.

Системно исследован вопрос и сделаны количественные оценки негативного влияния рассеяния рентгеновского излучения атомной периодической структурой монокристаллического материала линзы на ее фокусирующие свойства. Показано, что эффект выражается в уменьшении интегральной интенсивности в плоскости изображений линзы. Величина снижения может достигать 35% при использовании планарных линз, изготовленных в единой алмазной пластине. Продемонстрирована минимизация эффекта (до 10%) при применении набора линз со случайной кристаллографической ориентацией каждой одиночной линзы.

5. Методами теоретических расчетов и компьютерного моделирования исследовано влияние возможных искажений профиля преломляющей линзы на её оптические свойства. Данный подход позволяет связывать поступательное и периодическое отклонение реального профиля линзы от идеальной формы преломляющей поверхности с размерами и яркостью формируемого изображения. Показано, что влияние таких отклонений может быть минимизировано при уменьшении амплитуды отклонений до значений менее 0.5% от радиуса параболического профиля линзы.

6. Предложен, разработан и реализован новый метод фильтрации высших гармоник рентгеновского излучения при использовании внеосевого освещения преломляющих рентгеновских линз. Предложен и применен новый метод количественного анализа присутствия высших гармоник в падающем рентгеновском излучении, основанный на использовании кремниевого монокристалла.

Личный вклад автора

Соискатель самостоятельно провел анализ литературы по исследуемой тематике и принимал прямое участие в проектировке рентгенооптических элементов, постановке производственных задач и выборе методов и технологий для их решения. Автор сыграл важную роль в проведении всех экспериментов по тестированию линз, в том числе на источниках синхротронного излучения, детально освоив методику проведения синхротронного эксперимента. Получаемые результаты обсуждались диссертантом с изготовителями изделий с целью улучшения и доработки производственного процесса. Автор произвел систематизацию, анализ и интерпретацию полученных экспериментальных данных. При непосредственном участии диссертанта, была произведена разработка теории по влиянию ошибок профиля на оптические свойства линзы. Автор собственноручно подготавливал публикации к печати и представлял результаты научной работы на научных конференциях, семинарах и школах.

Публикации

По результатам настоящей работы было опубликовано 11 печатных работ в реферируемых зарубежных журналах, включенных в перечень ВАК:

1. Terentyev, S. A., Polikarpov, M., Snigireva, I., Di Michiel, M., Zholudev, S., Kuznetsov, S. M., Blank, V. & Snigirev, A. Linear Parabolic Single-crystal Diamond Refractive Lenses for Synchrotron X-ray Sources // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2017. – Vol. 24. – P. 103-109.

2. Kononenko, T. V., Ralchenko, V. G., Ashkinazi, E. E., Polikarpov, M., Ershov, P., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigireva, I. & Konov, V. I. Fabrication of polycrystalline diamond refractive X-ray lens by femtosecond laser processing // *Applied Physics A*. – 2016. – Vol. 122. – P. 152.
3. Terentyev, S., Blank, V., Polyakov, S., Zholudev, S., Snigirev, A., Polikarpov, M., Kolodziej, T., Qian, J., Zhou, H. & Shvyd'ko, Y. Parabolic single-crystal diamond lenses for coherent x-ray imaging // *Applied Physics Letters*. - 2015. – Vol. 107. – P. 111108.
4. Polikarpov, M., Snigireva, I., Morse, J., Yunkin, V., Kuznetsov, S. & Snigirev, A. Large-acceptance diamond planar refractive lenses manufactured by laser cutting // *Journal of Synchrotron Radiation*. - 2015. – Vol. 22. – P. 23-28.
5. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. X-ray harmonics rejection on third-generation synchrotron sources using compound refractive lenses // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2014. – Vol. 21. – P. 484-487.
6. Zholudev, S. I., Terentiev, S. A., Polyakov, S. N., Martyushov, S. Y., Denisov, V. N., Kornilov, N. V., Polikarpov, M. V., Snigirev, A. A., Snigireva, I. I. & Blank, V. D. Imaging by 2D parabolic diamond X-ray compound refractive lens at the laboratory source // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1764. – P. 020006.
7. Polikarpov, M., Polikarpov, V., Snigireva, I. & Snigirev, A. Diamond X-ray refractive lenses with high acceptance // *Physics Procedia*. – 2016. – Vol. 84. - P. 213-220.
8. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. Focusing of white synchrotron radiation using large-acceptance cylindrical refractive lenses made of single – crystal diamond // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1741. – P. 040024.
9. Polikarpov, M., Kononenko, T. V., Ralchenko, V. G., Ashkinazi, E. E., Konov, V. I., Snigireva, I., Ershov, P., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Polikarpov, V. M. & Snigirev, A. Diamond X-ray refractive lenses produced by femto-second laser ablation // *Proceedings of SPIE*. – 2016. – Vol. 9963. – P. 99630Q.

10. Polikarpov, M., Barannikov, A., Zverev, D., Terentiev, S. A., Polyakov, S. N., Zholudev, S. I., Martyushov, S. Y., Denisov, V. N., Kornilov, N. V., Snigireva, I., Blank, V. D. & Snigirev, A. Laboratory and synchrotron tests of two-dimensional parabolic x-ray compound refractive lens made of single-crystal diamond // *Proceedings of SPIE*. – 2016. – Vol. 9964. – P. 99640J.
11. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. X-ray harmonics suppression by compound refractive lenses // *Proceedings of SPIE*. – 2014. – Vol. 9207. – P. 920711.

Апробация работы

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на российских и международных научно – технических конференциях, научных школах и семинарах:

- 48 и 49 Научные школы ФГБУ «ПИАФ» НИЦ КИ по физике конденсированного состояния (Санкт-Петербург, 2014 и 2015);
- Международная конференция «Наука будущего» (Санкт-Петербург, 2014);
- Конференция «Рентгеновская оптика 2014» (Черноголовка, 2014);
- Международная Балтийская школа «Smart nanomaterials and X-ray optics 2014. Modeling, synthesis and diagnostics» (Калининград, 2014).
- Международный симпозиум “ESRF user’s meeting” (Гренобль, Франция, 2015);
- Международная конференция “Synchrotron Radiation Instruments 2015”, (Нью-Йорк, США, 2015);
- Международная научная школа “Smart nanomaterials and X-ray optics 2015”, (Ростов-на-Дону, 2015);
- XIII и XIV Курчатовская молодежная научная школа (Москва, 2015 и 2016);
- Международная научно-практическая школа HERCULES-2016 (Гренобль, Франция, 2016);

- Международная конференция ХОПТ 2016, (Йокогама, Япония, 2016);
- Международная конференция «Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2016)» (Новосибирск, 2016);
- Конференция «Nanocarbon for optics and electronics» (Калининград, 2016);
- Международная конференция «SPIE: Optics and Photonics» (Сан-Диего, США, 2016);
- Международная конференция «Наука будущего. Наука молодых» (Казань, 2016);
- Международная научная школа “Smart nanomaterials and X-ray optics 2016”, (Калининград, 2016);
- Первый российский кристаллографический конгресс «От конвергенции наук к природоподобным технологиям» (Москва, 2016)

Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Текст работы представлен на 148 страницах, включая 78 рисунков и 7 таблиц. Список литературы содержит 151 наименование.

Содержание работы

Во *введении* обоснована актуальность выбранной темы диссертации, сформулирована цель работы и научные задачи исследований, дан анализ научной новизны и практической значимости полученных результатов. Доказана достоверность научных положений, результатов и выводов. Описана структура диссертации. Перечислены основные положения, выносимые на защиту, список публикаций по теме диссертации и сведения об апробации работы.

В *первой главе* производится обзор литературы по теме диссертации. Подробно рассматриваются наиболее распространенные, на сегодняшний день, источники рентгеновского излучения – рентгеновские трубки с вращающимся и жидким анодами; синхротронные источники рентгеновского излучения. В течение последних лет источники рентгеновского излучения

претерпевают непрерывное поступательное развитие, связанное с увеличением их мощности и уменьшением размеров и угловой расходимости генерируемого света. Эти факторы позволяют таким источникам генерировать рентгеновское излучение с высокой степенью пространственной когерентности и лазероподобными характеристиками. Так, для жесткого спектра рентгеновского излучения становится возможным наблюдать интерференционные, фазовые и оптические эффекты, подобно тем, что наблюдаются в оптике классических лазеров видимого света. Такое развитие провоцирует поиск новых рентгенооптических элементов и материалов, способных выдерживать повышенные тепловые и радиационные нагрузки при сохранении когерентных свойств электромагнитного излучения. Здесь, стоит выделить направление преломляющей оптики, которое активно развивалось последние 20 лет и прочно вошло в инструментарий источников синхротронного излучения 3-го поколения за счет своей простоты, удобства и эффективности работы. В первой главе подробно описаны принципы работы преломляющей рентгеновской оптики и физические свойства используемых на текущий момент рентгенооптических материалов - линз. Бериллий является самым распространенным материалом для изготовления линз, однако обладает рядом недостатков – поликристаллическая структура вносит искажения в передаваемый линзой волновой фронт; во избежание рекристаллизации материала, бериллиевые линзы требуют водяного охлаждения при их установке в “горячие” полихроматические пучки высокомошных рентгеновских источников. Алмаз же, напротив, является перспективным рентгенооптическим материалом и способен выдерживать тепловые и радиационные нагрузки ввиду большой величины теплопроводности, низкого коэффициента линейного расширения, высокой температурной стабильности. В конце главы приведены расчеты высокой тепловой стабильности алмазной преломляющей линзы в пучке фотонов, генерируемых источником синхротронного излучения третьего поколения. Отсюда, сделан вывод о целесообразности и перспективности

использования материала алмаза для создания рентгенооптических элементов.

Во *второй главе* описан процесс лазерной абляции алмаза и продемонстрированы положительные результаты его применения к производству алмазных преломляющих линз. Были изготовлены (рис.1) планарные (а, б), одиночные одномерные (в, г) и одиночные двумерные (д) преломляющие линзы с апертурами, порядка 1 мм. Линзы (а, в, г, д) изготавливались обработкой монокристаллического алмаза лазерами с пикосекундной длительностью импульса (длина волны 355 нм). Линзы (б) были изготовлены из поликристаллического алмаза с использованием фемтосекундного лазера (длина волны 1030 нм). Было продемонстрировано, что лазерная технология является простым и эффективным способом изготовления преломляющих линз из алмазных пластин большой толщины.

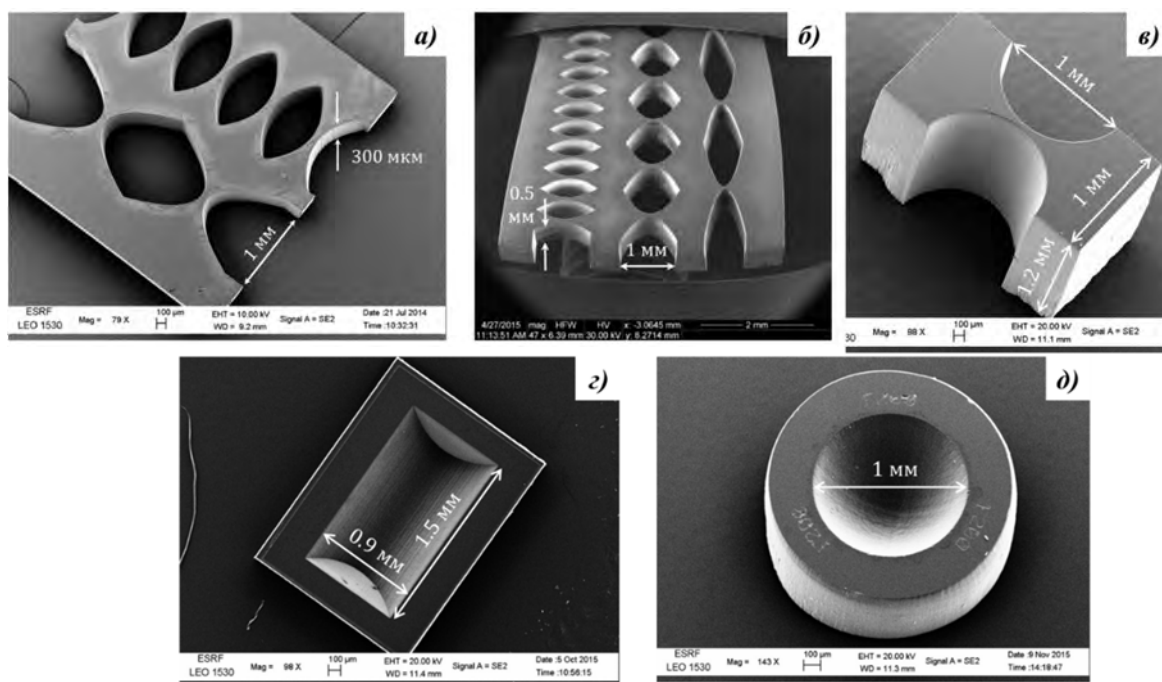


Рис. 1. Алмазные преломляющие рентгеновские линзы.

Были опробованы различные режимы работы лазера и параметры геометрии обработки алмазных пластин. Так, наряду со способом прорезания алмазной пластины насквозь при падении лазерного луча перпендикулярно оптической оси получаемой линзы (рис. 1, а - в), была использована такая геометрия, где лазерный луч был параллелен её оптической оси (рис. 1, г-д).

В последнем случае, снимается ограничение на толщину алмазной линзы и поперечные размеры линз могут варьироваться от нескольких сотен микрон до нескольких миллиметров. В планарных линзах (а-в) данное ограничение связано с невозможностью получения вертикальных стенок линз при очень большой глубине реза, что связано с конечным фокусным расстоянием лазера.

Переход к двумерному профилю поверхности позволяет использовать алмазные линзы одновременно в качестве фокусирующих и изображающих устройств, расширяя возможности их экспериментальных приложений.

Во второй главе описываются методы и результаты тестирования линз неразрушающими методами контроля. Применялись: оптическая и сканирующая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, 3D сканирующая лазерная конфокальная микроскопия, Рамановская спектроскопия, рентгеновская томография и радиография, высокоразрешающая рентгеновская топография, рентгеновская интерферометрия. Все образцы в обязательном порядке проходили проверку производительности в фокусирующем и изображающем режимах на лабораторных источниках рентгеновского излучения и источниках синхротронного излучения третьего поколения (APS, ESRF). В ходе тестов было установлено следующее:

1) Оптическая и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) хорошо подходит для первичного анализа изготавливаемых линз, давая визуализацию микро-размерных дефектов и погрешностей изготовления. СЭМ позволяет оценить порядок величины шероховатостей рабочей поверхности линз и сделать предположения о работоспособности линз в режиме фокусировки и передачи рентгеновского излучения.

2) Исследование линз в режиме радиографии, также, является мощным методом качественного описания линз и позволяет визуализировать рассеивающие центры и неровности на поверхности и внутри образца путем исследования его в рентгеновских лучах на просвет. Для количественного

анализа образцов в режиме радиографии необходимо обладать первичным представлением о его структуре таким, как, например, размер и форма зерен внутри поликристалла. В экспериментах по радиографии алмазных линз было продемонстрировано, что поликристаллический материал уступает монокристаллическому и не подходит для производства линз из-за присутствия рассеивающих центров, которые ограничивают разрешение линзы в режиме микроскопии и уменьшают коэффициент усиления линзы.

3) Метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволяет получить наиболее точные значения шероховатости поверхности. Однако, ввиду ограничений на интервал перемещения зонда, АСМ может описывать лишь небольшие участки поверхности линз вблизи вершины параболической (или сферической) поверхности.

4) Оптическая профилометрия, а именно, лазерная сканирующая конфокальная микроскопия является наиболее удобным неразрушающим методом контроля профиля линз, позволяя быстро (~ 1 образец/мин) измерять форму профиля и шероховатость поверхности с точностью до 0.5 нм в большом интервале наблюдений, порядка нескольких миллиметров.

5) Рентгеновская томография является альтернативой методу сканирующей лазерной микроскопии, также позволяя описывать профиль линзы целиком, однако обладает гораздо меньшей точностью, за счет аппаратных инструментальных погрешностей. Увеличение точности (до 1 мкм) и уменьшение погрешностей требует модификации измерительной схемы, что увеличивает время измерений (~ 1 образец/час). Высокоразрешающая томография обладает всеми теми же преимуществами, что и рентгеновская радиография, что следует из схожести методов.

6) Рентгеновская решеточная интерферометрия обладает высокой точностью описания профиля линз, однако не может являться базовым методом характеристики профилей линз ввиду необходимости постоянного доступа к когерентному источнику рентгеновского излучения. Вторым недостатком метода является ограничение получаемого разрешения

размером периода фазовой решетки (в данной работе - 10 мкм), что не позволяет описывать шероховатость поверхности и лишает его преимуществ перед рентгеновской томографией.

7) Рамановская спектроскопия является широко распространенным, простым и эффективным методом описания фазового состава образцов.

8) Важную информацию позволяют получить эксперименты по передаче рентгеновского излучения линзой. Они дают законченное представление о работе линзы непосредственно в качестве рентгенооптического устройства и позволяют сделать выводы о том, удовлетворяет ли линза заявленным требованиям. Тесты на когерентных синхротронных источниках излучения обладают максимальной точностью, но проведение таких же тестов на лабораторных источниках излучения в 90% случаев позволяет сформулировать основные выводы о качестве изготавливаемых линз. Тесты в рентгеновском излучении дают ответ о наличии ошибок формы и шероховатостей, степени вертикальности боковых стенок и присутствия влияния внутренней структуры используемого материала. Однако, при определении шероховатости профиля поверхности через коэффициент усиления линзы, необходимо обладать информацией об отсутствии в объеме материала линзы рассеивающих центров, снижающих значение коэффициента усиления (как, например, в случае, поликристалла). В любом случае, точность измерения шероховатостей и ошибок формы в эксперименте по фокусировке ниже, чем при прямом исследовании зондовыми методами.

9) Линзы, изготовленные из монокристаллического алмаза обработкой лазером с пикосекундной длительностью импульса, обладают схожей шероховатостью поверхности, порядка ~ 1 мкм (среднеквадратичное отклонение). Также, на всех линзах, изготовленных пикосекундными лазерами отмечается волнистый профиль поверхности. Напротив, обработка поверхности фемтосекундным лазером позволяет достичь гладкой

поверхности без волнистого профиля и малой шероховатости, порядка 0.3 мкм (среднеквадратичное отклонение).

10) Однородное распределение интенсивности изображения рентгеновского излучения, сфокусированного линзами, продемонстрировало высокое качество боковых стенок и профиля планарных линз, позволяя производить фокусировку в соответствии с расчетными параметрами. Также, было показано, что отсутствие вертикальности боковых стенок поликристаллической линзы (рис. 1, б) решающим образом определяет эффективность её использования в качестве рентгенооптического устройства – неоднородность получаемого изображения в фокусе существенно ограничивает её использование на синхротронных источниках рентгеновского излучения в качестве префокусирующей и преколлимирующей оптики. Дополнительно, контраст на зернах и включениях поликристаллического материала дал паразитное рассеяние и занижил коэффициент усиления, экспериментально определенный в эксперименте по фокусировке.

11) Алмазные линзы (рис. 1, в) успешно сфокусировали “белое” рентгеновское излучение в соответствии с формулой тонкой линзы. В ходе эксперимента по фокусировке на источнике синхротронного излучения третьего поколения, линзы выдержали дозу излучения 1 ТДж/кг без деградации материала и фокусирующих свойств.

12) При изготовлении линз (особенно, с двумерным профилем поверхности) могут возникать периодические отклонения реального профиля от идеального, влияющие на эффективность работы линзы в качестве рентгенооптического устройства. Исследование линзового профиля одиночных полу-линз (рис. 1, г) методами рентгеновской томографии, решеточной рентгеновской интерферометрии и оптической профилометрии, продемонстрировало соответствие реального профиля огибающей параболической траектории. Однако, среднее значение радиуса профиля может варьироваться в пределах погрешности 6% относительно задаваемого

значения $R = 200$ мкм. Также, эксперименты по оптической профилометрии, рентгеновской решеточной интерферометрии и радиографии показали наличие периодического отклонения реального профиля линзы от идеального с характерными периодами 8-50 мкм. Данное отклонение привело к сферическим aberrациям и не позволило достичь расчетного размера сфокусированного изображения в эксперименте по фокусировке.

В случае одиночных двумерных полу-линз (рис. 1, д), был проведен анализ радиуса параболического линзового профиля методами оптической, сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской томографии и оптической профилометрии. Наблюдалась систематическая погрешность изготовления, выражающаяся в поступательном отклонении радиуса параболического профиля (на $\sim 20-30$ мкм) от заданного при движении лазера от периферии линзы к её центру. Дополнительно, радиус параболического участка вблизи края линзы, в месте, где лазер начинает высверливание материала, варьируется от образца к образцу. Значение этого радиуса находится в пределах интервала (200 мкм; 211 мкм). Описанные выше погрешности изготовления не позволили достичь расчетного размера сфокусированного изображения в эксперименте по фокусировке.

13) Эксперименты по рентгеновской микроскопии и топографии выявили большую толщину (более 1 мкм) пораженной лазером приповерхностной области, характеризующуюся структурным несовершенством, неоднородностями, шероховатостью, прорастающими дислокациями и полями напряжений. Наличие подобного пораженного лазером слоя не позволило достичь разрешения в рентгеновской микроскопии, выше 1 мкм. Полученные изображения характеризовались высокой степенью зашумления.

В *третьей главе* были проведены теоретический расчет и компьютерное моделирование влияния искажений профиля линзы на её оптические свойства. Были рассмотрены случаи поступательного и периодического отклонений реального профиля от идеального

параболического. Полученные результаты связывают параметры отклонения с формируемым линзой изображением. Реализованный подход позволяет определить расстояние до наиболее резкого изображения, его форму и размер. Для одно- и двумерных алмазных полу-линз было продемонстрировано совпадение теоретически предсказанных и экспериментально полученных результатов. Показано, что наличие как поступательного, так и периодического отклонения от идеального профиля по нормали оказывает существенное негативное влияние на оптические характеристики линз. Этот эффект более выражен при амплитуде отклонения порядка 0.5% от значения радиуса кривизны параболы. Существующие искажения профилей алмазных линз могут быть полностью устранены при применении фемтосекундных лазеров, для соответствия описанному критерию.

Дополнительно, в работе были продемонстрированы возможности пост-обработки поверхности алмазных одномерных полу-линз сфокусированным ионным пучком. Указанным методом дополнительной обработки было достигнуто существенное уменьшение шероховатости поверхности линз от исходного значения ~ 0.7 мкм до значения ~ 0.1 мкм (стандартное отклонение). Показано, что при более тонкой настройке экспериментальной схемы, значение шероховатости может быть снижено до значений, порядка нескольких десятков нанометров.

Исследовано влияние монокристаллической структуры материала линз на их рентгенооптические свойства. Было обнаружено присутствие большого числа ярко выраженных минимумов интенсивности (т.н. «X-ray glitches» - «Рентгеновских бликов»), возникающих при удовлетворении дифракционных условий для падающего на линзу рентгеновского излучения. Это приводит к тому, что ослабление проходящей через линзу интенсивности, может достигать 35%. Показано, что минимизация данного негативного эффекта возможна при компоновке составной преломляющей

линзы из одиночных линз с различной кристаллографической ориентацией. В этом случае, возможно уменьшить падение интенсивности до $< 10\%$.

Несмотря на наличие бликов, монокристаллическая форма алмаза является предпочтительнее поликристаллической. Ранее в работе было продемонстрировано негативное влияние поликристаллической структуры материала на проходящее излучение. В то время как блики приводят лишь к ослаблению передаваемой линзой интегральной интенсивности, поликристаллическая структура формирует контрастные пятна на изображении, носящие локальный и ярко выраженный характер. Стоит отметить, что все вышеперечисленные эффекты могут быть устранены при использовании поликристаллического алмаза с нано-размерными зёрнами. Данная тематика требует отдельного изучения и не является предметом настоящей работы.

В *четвертой главе* рассматриваются возможные дополнительные приложения алмазных преломляющих линз при их установке во “front-end” секции современных рентгеновских источников. Так, был предложен и реализован новый метод подавления высших гармоник рентгеновского излучения, основанный на использовании преломляющей рентгеновской оптики. Принимая во внимание факт того, что фокусное расстояние преломляющей рентгеновской линзы зависит от энергии падающего на неё излучения, использование вне-осевого освещения линзы приводит к пространственному разделению энергетического спектра излучения после линзы. В результате, низкоэнергетическое излучение фокусируется, а нефокусированное высокоэнергетическое излучение подавляется с помощью экрана-поглотителя или щели. Соответствующий эксперимент был проведен на станции ID06 синхротронного источника третьего поколения ESRF. В результате эксперимента было показано, что вне-осевое освещение составной преломляющей линзы снижает содержание высших гармоник в спектре до 10^{-3} . В общей сложности, метод позволяет обеспечить подавление

высших гармоник рентгеновского излучения до 10^{-5} при использовании в паре с «расстройкой» монохроматора.

Описанный метод хорошо подходит для источников синхротронного излучения третьего поколения и является очень перспективным для использования на будущих источниках IV-го поколения. Немаловажно, что длиннофокусные преломляющие алмазные линзы, установленные во “front-end” секции современных рентгеновских источников, могут одновременно использоваться и для подавления гармоник, и для различных типов синхротронных экспериментов, включая микро-фокусировку и микроскопию. Дополнительно, использование преломляющих линз в качестве энергетического фильтра перед монохроматором снижает тепловую нагрузку на кристаллы монохроматора и уменьшает их “дрожание” из-за работы охлаждающей криогенной системы. Это позволяет уменьшить эффективный размер источника излучения, проецируемого кристаллами монохроматора, и увеличить степень пространственной когерентности проходящего излучения.

Также, важно отметить и новый примененный метод количественного анализа присутствия высших гармоник в падающем рентгеновском излучении. Метод был основан на использовании кремниевого монокристалла и является простым и эффективным. Он может быть применен на любых источниках рентгеновского излучения, заменяя дорогостоящие энерго-дисперсионные детекторы.

Основные результаты и выводы

Данная работа впервые продемонстрировала практическую возможность применения абляции пико- и фемтосекундными лазерными импульсами к производству длиннофокусных алмазных преломляющих рентгеновских линз. В работе были показаны планарные, одиночные и двумерные линзы с параболическим и сферическим профилем, субмикронной шероховатостью поверхности, большой апертурой и шириной

(>1мм). Такие линзы предназначены для передачи высокомоощного излучения в горячих “front-end” секциях современных и будущих рентгеновских источников. Оптимальное сочетание тепловых и оптических свойств алмаза позволяет конкурировать алмазным линзам с бериллиевыми даже при условии более высокого качества поверхности и профиля у последних.

Качество материала и поверхности изготовленных линзы были подробно охарактеризованы методами: оптической, сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии; лазерной интерферометрии и лазерной сканирующей конфокальной микроскопии; рентгеновской решеточной интерферометрии; Рамановской спектроскопии; рентгеновской радиографии, томографии и топографии; фокусировки и передачи изображения в рентгеновском излучении. Проведенный сравнительный анализ преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов показал, что комбинация оптической, электронной и сканирующей лазерной микроскопии, рентгеновской радиографии, Рамановской спектроскопии и оптических тестов в рентгеновском излучении является исчерпывающим набором методов неразрушающего контроля, позволяющих произвести наиболее полное и быстрое описание образцов. Линзы продемонстрировали свою оптическую эффективность на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения как в режиме микро-фокусировки, так и в режиме передачи изображения и микроскопии с разрешением до 1 мкм.

В ходе тестов было выявлено присутствие искажений профиля у линз, изготовленных лазерами с пикосекундной длительностью импульса. Поэтому, был произведен теоретический расчет и компьютерное моделирование влияния таких искажений на оптические свойства линзы. Данный подход позволил связать поступательное и периодическое отклонения реального профиля линз от его идеальной формы с размерами и яркостью формируемого изображения. Результаты моделирования совпали с наблюдаемыми экспериментально данными. Было показано, что влияние таких отклонений снижается при уменьшении амплитуды отклонения до

значений менее 0.5% от радиуса параболического профиля линзы. Это может быть достигнуто при производстве линз лазерами с фемтосекундной длительностью импульса. В последнем случае, уменьшается и шероховатость линзовой поверхности, до значения 0.3 мкм.

Снижение шероховатости поверхности определяет коэффициент усиления линзы и, потому, является важным для экспериментов с ограниченной интенсивностью падающего излучения. Так, была продемонстрирована возможность пост-обработки поверхности алмазных линз сфокусированным ионным пучком. Показано, что при такой обработке значение шероховатости может быть существенно снижено до значений, порядка нескольких десятков нанометров.

В работе подробно был рассмотрен и вопрос выбора алмазного материала. Выяснено, что монокристаллическая форма алмаза лучше подходит для изготовления рентгенооптических элементов. В отличие от поликристаллической, она не вносит локальных возмущений в волновой фронт излучения, передаваемого преломляющей линзой. Одновременно, было системно исследовано влияние рассеяния рентгеновского излучения атомной периодической структурой монокристаллического материала линзы. Данный эффект приводит к снижению интегральной интенсивности в плоскости изображений линзы, не влияя на форму и размер получаемого изображения. Величина снижения может достигать 35% при использовании планарных линз, изготовленных в единой алмазной пластине. Она может быть уменьшена до 10%, при применении набора линз со случайной кристаллографической ориентацией каждой одиночной линзы. Из всего вышесказанного вытекает перспективность использования наноструктурированного алмаза для изготовления преломляющих линз с целью одновременного избавления от паразитного рассеяния и искажений волнового фронта.

В заключение, был предложен, разработан и реализован новый метод фильтрации высших гармоник рентгеновского излучения при использовании

вне-осевого освещения преломляющих рентгеновских линз. Данный метод позволяет обеспечить подавление высших гармоник рентгеновского излучения до 10^{-5} при использовании в паре с «расстройкой» монохроматора. Дополнительно, был предложен и применен новый метод количественного анализа присутствия высших гармоник в падающем рентгеновском излучении, основанный на использовании кремниевого монокристалла.

Цитируемая литература

1. Snigirev, A., V. Kohn, I. Snigireva, and B. Lengeler. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays // *Nature*. 1996. Vol. 384(6604). P. 49-51.
2. Lengeler, B., C. Schroer, J. Tümmler, B. Benner, M. Richwin, A. Snigirev, I. Snigireva, and M. Drakopoulos. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard X-ray range // *Journal of Synchrotron Radiation*. 1999. Vol. 6(6). P. 1153-1167.
3. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Richwin, J. Tümmler, M. Drakopoulos, A. Snigirev, and I. Snigireva. A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses // *Applied Physics Letters*. 1999. Vol. 74(26). P. 3924.
4. Als-Nielsen, J. and D. McMorrow. *Elements of Modern X-ray Physics* // John Wiley & Sons. second edition. 2011.
5. Snigirev, A., I. Snigireva, G. Vaughan, J. Wright, M. Rossat, A. Bytchkov, and C. Curfs. High energy X-ray transfocator based on Al parabolic refractive lenses for focusing and collimation // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012073.
6. Tümmler, J. Development of Compound Refractive Lenses for Hard X Rays. A Novel Instrument in Hard X-ray Analysis // Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule (RWTH) Aachen. 2000.

7. Snigirev, A., I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M.D. Michiel, G. Vaughan, V. Kohn, and S. Kuznetsov. High energy X-ray nanofocusing by silicon planar lenses // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012-072.
8. Snigirev, A., V. Yunkin, I. Snigireva, M.D. Michiel, M. Drakopoulos, S. Kuznetsov, L. Shabelnikov, M. Grigoriev, V. Ralchenko, I. Sychov, M. Hoffmann, and E. Voges. Diamond refractive lens for hard X-ray focusing // *Proceedings of SPIE*. 2002. Vol. 4783.
9. Alianelli, L., K.J.S. Sawhney, A. Malik, O.J.L. Fox, P.W. May, R. Stevens, I.M. Loader, and M.C. Wilson. A planar refractive x-ray lens made of nanocrystalline diamond // *Journal of Applied Physics*. 2010. Vol. 108(12). P. 123107.
10. Alianelli, L., K.J.S. Sawhney, A. Malik, O.J.L. Fox, P.W. May, R. Stevens, I.M. Loader, and M.C. Wilson. A planar refractive x-ray lens made of nanocrystalline diamond // *Journal of Applied Physics*. 2010. Vol. 108(12). P. 123107.
11. Antipov, S., S.V. Baryshev, S. Baturin, R. Kostin, S. Stoupin, and G. Chen. Thermal analysis of the diamond compound refractive lens // *Proceedings of SPIE*. 2016. Vol. 9963. P. 99630R-5.
12. Dausinger, F., H. Hugel, and V.I. Konov. Micromachining with ultrashort laser pulses: from basic understanding to technical applications // *Proceedings of SPIE*. 2003. Vol. 5147. P. 106-115.
13. Hecht, E. *Optics* // Addison-Wesley. 4th Edition. 2002.
14. Antipov, S., S.V. Baryshev, J.E. Butler, O. Antipova, Z. Liu, and S. Stoupin. Single-crystal diamond refractive lens for focusing X-rays in two dimensions // *Journal of Synchrotron Radiation*. 2016. Vol. 23(1). P. 163-168.