


На правах рукописи



Баранников Александр Александрович

**МЕТОДИКИ ТЕСТИРОВАНИЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ
ДЛЯ СИНХРОТРОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛАБОРАТОРНОГО МИКРОФОКУСНОГО
ИСТОЧНИКА**

Специальность 1.3.2. – Приборы и методы экспериментальной физики

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Калининград – 2024

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта» (БФУ им. И. Канта).

Научный руководитель: **Снигирев Анатолий Александрович**
кандидат физико-математических наук, директор
международного научно-исследовательского центра
«Когерентная рентгеновская оптика для установок
«Мегасайенс», БФУ им. И. Канта, г. Калининград.

Официальные оппоненты: **Рощупкин Дмитрий Валентинович**
доктор физико-математических наук, член-
корреспондент РАН, заведующий лабораторией
рентгеновской акустооптики Института проблем
технологии микроэлектроники и особочистых
материалов РАН (ИПТМ РАН), г. Черноголовка;

Чхало Николай Иванович
доктор физико-математических наук, заведующий
отделом многослойной рентгеновской оптики
Института физики микроструктур РАН (ИФМ
РАН), г. Нижний Новгород.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки «Институт ядерной физики
имени Г.И. Будкера» СО РАН, г. Новосибирск.

Защита состоится 17 октября 2024 г., начало в 16:30, на заседании
диссертационного совета 02.1.003.01 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 «__» _____ 2024 г.

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



В.А. Демин

Актуальность темы

Подавляющее большинство экспериментальных методов с использованием синхротронного излучения требуют строго определенных параметров пучка. Для того чтобы их задать, используется специальная рентгеновская оптика, которая является неотъемлемой частью любой синхротронной станции [1]. Рентгеновская оптика позволяет монохроматизировать излучение, изменять форму и размер пучка, разделять его, а также формировать и передавать увеличенное изображение исследуемого объекта. Аналогично оптике видимого света рентгеновскую оптику по принципу работы можно разделить на отражающую [2,3], дифракционную [4] и преломляющую [5]. Каждый тип оптики обладает своими преимуществами, от правильного использования которых напрямую зависят возможности тех или иных экспериментальных методов.

С ростом яркости синхротронных источников и когерентности генерируемого ими излучения всё больше внимания стало уделяться качеству изготавливаемой рентгеновской оптики [6–8]. Кроме того, возрастающая плотность потока фотонов увеличивает тепловое и радиационное воздействие на оптические элементы, что не может не влиять на их функциональные характеристики [9]. Таким образом, по сравнению с синхротронами 3-го поколения, оптика, используемая на новых источниках 4-го поколения, должна отвечать более высоким требованиям к качеству изготовления, а также обладать более высокой тепловой и радиационной устойчивостью.

Несмотря на исключительные возможности в проведении экспериментов, обеспечиваемые рассматриваемыми в настоящей диссертации «Мегасайенс»-установками, их доступность для рядового пользователя весьма ограничена. Это связано с высокой стоимостью экспериментального времени и наличием строгих временных рамок, внутри которых необходимо выполнить исследование. Сильнее всего для российского пользователя данная проблема обостряется в периоды ограниченной мобильности, когда практически полностью исключается возможность посещения современных западных исследовательских комплексов. Ввиду этого возникает необходимость искать альтернативные решения на базе лабораторного оборудования.

Последние достижения в изготовлении высокоярких лабораторных рентгеновских источников и высокоразрешающих детектирующих устройств

позволяют значительно расширить спектр исследований, реализуемых в лаборатории. Научно-Образовательный Многофункциональный Комплекс Подготовки и Проведения Синхротронных Исследований «SynchrotronLike» (далее комплекс «SynchrotronLike») является одним из примеров использования современного научного оборудования с целью экономии времени и ресурсов, затрачиваемых на синхротронные эксперименты.

Одним из основных применений комплекса является тестирование преломляющей оптики, чья работоспособность была впервые продемонстрирована экспериментально около 30 лет назад группой исследователей во главе с Анатолием Снигиревым [5]. В настоящее время преломляющие линзы активно используются по всему миру на исследовательских станциях синхротронов и лазеров на свободных электронах в экспериментах по белковой кристаллографии, рентгеновской визуализации объектов с субмикронным пространственным разрешением, а также в исследованиях материалов в экстремальных условиях. Высокая популярность данного типа оптики связана со способностью эффективно работать в широком спектре энергий излучения (2 кэВ – 200 кэВ), её универсальностью и простотой использования.

В 2014 году Анатолий Снигирев возглавил международный научно-исследовательский центр (МНИЦ) в БФУ им. И. Канта, специализирующийся на изготовлении рентгеновской оптики, устройств на её основе, а также разработке новых экспериментальных методов. Все результаты деятельности центра проходят первичное тестирование на базе лабораторного комплекса «SynchrotronLike», который в том числе позволяет осваивать и совершенствовать навыки проведения синхротронного эксперимента. За последние 10 лет сотрудники МНИЦ приобрели компетенции мирового уровня, которые регулярно применяются в совместных проектах с другими передовыми научными центрами Российской Федерации.

Сегодня на территории нашей страны реализуются самостоятельные программы по строительству самых современных источников синхротронного излучения (СИЛА, ЦКП «СКИФ»). В связи с этим работа МНИЦ стала особенно востребованной и направлена на оснащение исследовательских станций высококачественной рентгеновской оптикой. Уже сейчас станции первой очереди ЦКП «СКИФ», а именно 1-1 «Микрофокус», 1-2 «Структурная диагностика» и 1-3

«Быстропротекающие процессы», комплектуются преломляющей оптикой российского производства.

Диапазон энергий излучения, в которых используется преломляющая рентгеновская оптика, может быть расширен как в область меньших значений (менее 1 кэВ), так и в область сверхжесткого рентгеновского излучения (более 100 кэВ) и даже гамма-излучения (более 1 МэВ). Область «мягкого рентгена» представляет особый интерес в рамках совместного проекта НИУ МИЭТ и НИЦ «Курчатовский институт» по созданию российского рентгеновского литографа для производства электронных микросхем. В то же время для генерации гамма-излучения высокой интенсивности на территории Российской Федерации планируется строительство источника комптоновского излучения (ИНОК НЦФМ), который позволит решать ряд важных фундаментальных и прикладных задач, а также развивать относительно новое научное направление – ядерную фотонику. Преломляющая оптика в данном контексте может использоваться для эффективного управления пучками электромагнитного излучения вышеописанных диапазонов энергий, что даст возможность раскрыть весь потенциал создаваемых установок.

Цель работы и задачи

Целью настоящей диссертационной работы является разработка экспериментальных методик тестирования рентгеновской оптики для синхротронных исследований с использованием лабораторного микрофокусного источника.

Для достижения данной цели решались следующие научные задачи:

1. Применение универсального лабораторного рентгенооптического комплекса, оснащенного микрофокусным рентгеновским источником излучения с жидким анодом, для тестирования рентгеновской оптики, а также проектирования, оптимизации и проведения синхротронных экспериментов.
2. Разработка экспериментальных методик тестирования преломляющих рентгеновских линз, трансфокаторов и алмазной оптики с использованием лабораторного комплекса.
3. Применение существующих синхротронных высокоразрешающих методов визуализации микроструктур на базе лабораторного комплекса.

Экспериментальная демонстрация аналитических возможностей методов малоугловой рентгеновской дифракции и высокоразрешающей просвечивающей рентгеновской микроскопии.

Научная новизна и практическая значимость

В настоящей работе продемонстрирована возможность использования лабораторного рентгенооптического оборудования на первичном этапе тестирования и диагностики рентгеновской оптики перед её непосредственным использованием на синхротронных источниках. С этой целью на основе универсального лабораторного комплекса, оснащенного микрофокусным рентгеновским источником излучения, были разработаны экспериментальные методики, которые позволяют:

1. Определять фокусное расстояние преломляющих рентгеновских линз и их способность к передаче изображения.
2. Проверять работоспособность компактных рентгеновских трансфокаторов на точность и повторяемость позиционирования линз в пучке.
3. Исследовать с высоким пространственным разрешением качество кристаллической структуры алмазных монохроматоров и степень деградации преломляющей поверхности алмазных линз, изготовленных методом лазерной абляции. Дополнительно была продемонстрирована возможность исследования качества кристаллической структуры алмазных наковален в лабораторных условиях, а также поиска дефектов, приводящих к преждевременному разрушению наковален в экспериментах с использованием высоких статических давлений.

С учетом особенностей лабораторных рентгенооптических систем, связанных с относительно низкой интенсивностью и когерентностью излучения, а также ограниченной длиной оптической схемы, на базе комплекса были реализованы некоторые существующие синхротронные методы исследования материалов:

1. Метод малоугловой рентгеновской дифракции, основанный на оптическом преобразовании Фурье и ранее используемый только на синхротронных источниках для исследования упорядоченных мезоскопических структур. В результате исследования были разработаны две оптические схемы в геометрии на просвет и на отражение, показано влияние тормозного излучения на видность дифракционной картины, а также сформулированы

требования к угловому размеру источника для успешной реализации метода в лабораторных условиях.

2. Метод просвечивающей рентгеновской микроскопии с использованием преломляющих линз в качестве увеличивающего изображения объектива. В настоящей работе была разработана оптическая схема, обеспечивающая пространственное разрешение, равное 700 нм. Использование преломляющих линз позволило минимизировать влияние размера источника на разрешающую способность метода по сравнению с проекционной геометрией. Данная оптическая схема может быть применена для лабораторных исследований сильнопоглощающих объектов с использованием мощных рентгеновских трубок, генерирующих излучение с энергией более 20 кэВ.

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Достоверность научных положений, результатов и выводов, представленных в настоящей работе, обусловлена применением широко используемых, общепризнанных, современных теоретических моделей и экспериментальных методов исследования. Все результаты, полученные в работе, обладают устойчивой воспроизводимостью, хорошо согласуются с современными теоретическими представлениями, а также не противоречат известным ранее литературным данным. Результаты работы неоднократно опубликованы в реферируемых международных журналах и апробированы на профильных российских и международных научных конференциях, семинарах и школах.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Демонстрация практической возможности использования лабораторного рентгенооптического оборудования в тестировании преломляющей и алмазной рентгеновской оптики, а также выполнении подготовительных экспериментов перед проведением синхротронных исследований.
2. Разработка экспериментальных методик, позволяющих в лабораторных условиях определять фокусное расстояние преломляющих рентгеновских линз, проверять их способность к передаче изображения, проверять точность и повторяемость позиционирования линз трансфокаторами, исследовать качество кристаллической структуры алмазной рентгеновской оптики и

- алмазных наковален с высоким пространственным разрешением. Результаты применения разработанных методик в исследовании оптических свойств эпоксидных сферических и полимерных параболических преломляющих микролинз, тестировании компактного рентгеновского трансфокатора, исследовании кристаллической структуры алмазной линзы и монохроматоров.
3. Применение на базе лабораторного рентгенооптического комплекса метода малоугловой дифракции, ранее используемого только на синхротронах. Разработка двух оптических схем в геометрии на просвет и на отражение, позволяющей исследовать упорядоченные мезоскопические структуры.
 4. Применение на базе лабораторного рентгенооптического комплекса метода высокоразрешающей просвечивающей рентгеновской микроскопии с использованием преломляющих линз в качестве объектива. Разработка оптической схемы, обеспечивающей пространственное разрешение, равное 700 нм.

Личный вклад автора

Соискатель самостоятельно произвел обзор литературы по исследуемой тематике, принял непосредственное участие в разработке и создании некоторых рентгенооптических элементов, а также их тестировании как на базе разработанного комплекса, так и на базе синхротронных источников. Автор сыграл важную роль в проведении всех экспериментов по исследованию функциональных и структурных свойств рентгеновской оптики, детально освоив методики как лабораторного, так и синхротронного эксперимента. Соискателем самостоятельно в лабораторных условиях были реализованы некоторые синхротронные методы исследования материалов с учетом особенностей используемой рентгеновской трубки. Автор произвел систематизацию, анализ и интерпретацию полученных экспериментальных данных, а также выполнил соответствующие аналитические оценки и расчеты. Соискатель внес значительный вклад в подготовку научных публикаций, самостоятельно представлял результаты настоящей работы на профильных научных конференциях, семинарах и школах.

Список работ по теме диссертации

Основные научные результаты диссертационной работы были отражены в 9 печатных работах, опубликованных в зарубежных научных изданиях и сборниках,

входящих в международные базы данных Web of Science и Scopus, включенных в перечень ВАК.

1. Barannikov A., Troyan I., Snigireva I., Snigirev A. X-ray diffraction imaging of the diamond anvils based on the microfocus X-ray source with a liquid anode // *Rev. Sci. Instrum.* – 2022. – Vol. 93, № 8. – P. 083903
2. Barannikov A., Shevyrtalov S., Polikarpov M., Snigireva I., Snigirev A. X-ray diffraction imaging of diamond x-ray optics in the laboratory // *Advances in X-Ray/EUV Optics and Components XVI.: SPIE*, – 2021. – Vol. 11837. – P. 118370N.
3. Barannikov A., Shevyrtalov S., Zverev D., Narikovich A., Sinitsyn A., Panormov I., Snigireva I., Snigirev A. Laboratory complex for the tests of the X-ray optics and coherence-related techniques // *EUV and X-ray Optics, Sources, and Instrumentation.: International Society for Optics and Photonics: SPIE* – 2021. – Vol. 11776. – P. 117760D.
4. Shevyrtalov S., Barannikov A., Palyanov Y., Khokhryakov A., Borzdov Y., Sergueev I., Rashchenko S., Snigirev A. Towards high-quality nitrogen-doped diamond single crystals for X-ray optics // *J. Synchrotron Rad.* – 2021. – Vol. 28. № 1. – P. 104–110.
5. Narikovich A., Polikarpov M., Barannikov A., Klimova N., Lushnikov A., Lyatun I., Bourenkov G., Zverev D., Panormov I., Sinitsyn A., Snigireva I., Snigirev A. CRL-based ultra-compact transfocator for X-ray focusing and microscopy // *J. Synchrotron Rad.* – 2019. – Vol. 26. № 4. – P. 1208–1212.
6. Barannikov A., Polikarpov M., Ershov P., Bessonov V., Abrashitova K., Snigireva I., Yunkin V., Bourenkov G., Schneider T., Fedyanin A., Snigirev A. Optical performance and radiation stability of polymer X-ray refractive nano-lenses // *J. Synchrotron Rad.* – 2019. – Vol. 26. № 3. – P. 714–719.
7. Narikovich A., Barannikov A., Ershov P., Klimova N., Lushnikov A., Lyatun I., Panormov I., Polikarpov M., Sinitsyn A., Zverev D., Snigireva I., Snigirev A. Mini-Transfocator for X-ray Focusing and Microscopy // *Microsc. Microanal.* – 2018. – Vol. 24. № S2. – P. 290–291.
8. Serebrennikov D., Dudchik Y., Barannikov A., Klimova N., Snigirev A. X-ray microscope with refractive x-ray optics and microfocus laboratory source //

Advances in Laboratory-based X-Ray Sources, Optics, and Applications VI: SPIE – 2017. – Vol. 10387. – P. 103870H.

9. Petrov A., Bessonov V., Abrashitova K., Kokareva N., Safronov K., Barannikov A., Ershov P., Klimova N., Lyatun I., Yunkin V., Polikarpov M., Snigireva I., Fedyanin A., Snigirev A. Polymer X-ray refractive nano-lenses fabricated by additive technology // *Opt. Express.* – 2017. – Vol. 25. № 13. – P. 14173-14181.

Кроме того, по результатам настоящей работы было получено 2 патента на полезную модель:

1. Абрашитова К.А., Бессонов В.О., Кокарева Н.Г., Петров А.К., Сафронов К.Р., Федянин А.А., Баранников А.А., Ершов П.А., Снигирев А.А., Юнкин В.А. Линза для рентгеновского излучения // патент №2692405 Российская Федерация, МПК G21K 1/06 – МГУ им М.В. Ломоносова – №2017140253; заявл. 20.11.2017; опубл. 24.06.2019. Бюл. №18.
2. Гойхман А.Ю., Прокопович П.А., Борисов А.А., Панормов И.Б., Климова Н.Б., Ершов П.А., Серебренников Д.А., Зверев Д.А., Баранников А.А. Испытательный стенд для преломляющей рентгеновской оптики // патент №163227 Российская Федерация, МПК G01N 23/00 – БФУ им. И. Канта – №2015155999/28; заявл. 25.12.2015; опубл. 10.07.2016. Бюл. №19.

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих профильных научных конференциях, семинарах и школах:

- Курчатовский форум синхротронно-нейтронных исследований (Москва, 2023 г.)
- VIII Всероссийский Молодежный Научный Форум «Наука Будущего – Наука Молодых» (Орел, 2023 г.)
- XVII Курчатовская молодежная научная школа (Москва, 2023 г.)

- XVIII Всероссийская научно-техническая конференция «Приборостроение в XXI веке Интеграция науки, образования и производства» (Ижевск, 2022 г.)
- Международная научно-практическая конференция «Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование 2022» (онлайн, 2022 г.)
- Объединённая конференция «Электронно-лучевые технологии и рентгеновская оптика в микроэлектронике» (Черноголовка, 2021 г.)
- Международная конференция «SPIE: Optics and Optoelectronics» (онлайн, 2021)
- Международная научная школа IBS-2020 (Калининград, 2020 г.)
- Международная научная школа IBS-2019 (Калининград, 2019 г.)
- Международная конференция ХОПТ-2018 (Йокогама, Япония, 2018 г.)
- Международная научная школа XFEL-2018 (Гданьск, Польша, 2018 г.)
- XXV Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов» (Москва, 2018 г.)
- Школа-семинар «Источники 4-го поколения: оптика и применения» (Калининград, 2018 г.)
- XXX Международная школа-симпозиум по голографии, когерентной оптике и фотонике (Калининград, 2017 г.)
- Международная конференция по магнетизму: фокус на функциональных магнитных структурах для энергетики и биотехнологии (Светлогорск, 2017 г.)
- XIV Международная школа по синхротронному излучению: основы, методы и применения (Муджия, Италия, 2017 г.)
- 2-я Международная научная конференция «Наука будущего» (Казань, 2016 г.)
- Международная научная школа для молодых ученых «Нанокремний для оптики и электроники» (Калининград, 2016 г.)
- Международная научная школа IWSN-2015 (Ростов-на-Дону, 2015 г.)

Кроме того, по результатам, представленным в данной работе, соискатель был удостоен молодежной премии Российского Союза Научных и Инженерных Общественных Объединений (РосСННО) в области науки и техники «Надежда

России» за 2020 год. Премия была присуждена комитетом во главе с президентом РосСНИО, академиком РАН, членом президиума РАН Ю. В. Гуляевым.

Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Текст работы представлен на 107 страницах, включая 59 рисунков и 5 таблиц. Список литературы содержит 138 наименований.

Содержание работы

Во *введении* обоснована актуальность выбранной темы исследования, сформулирована цель работы и отмечены основные научные задачи, решение которых направлено на её достижение, дан анализ научной новизны и практической значимости, доказана достоверность научных результатов и выводов, описана структура диссертации, перечислены основные положения, выносимые на защиту, представлен список публикаций по теме диссертации, а также сведения об апробации работы.

Первая глава представляет собой обзор литературы, содержащий общие сведения о принципах работы рентгеновских трубок и факторах, ограничивающих их яркость. Проведено сравнение характеристик различных типов рентгеновских трубок, начиная от классических с твердым стационарным анодом и заканчивая микрофокусными с жидким анодом и нанофокусными. Дополнительно были описаны принципы работы синхротронных источников, рассмотрены параметры излучения, генерируемого поворотными магнитами, вигглерами и ондуляторами.

В первой главе также дано подробное описание универсального лабораторного рентгенооптического комплекса «SynchrotronLike», на базе которого были получены практически все экспериментальные результаты (Рис. 1). Сюда входит информация о принципах работы микрофокусного рентгеновского источника Excillum MetalJet с жидким GaIn анодом, его составных элементах и преимуществах по сравнению с классическими лабораторными источниками рентгеновского излучения. В том числе уделено внимание детекторному блоку, состоящему из энергодисперсионного детектора и трех рентгеновских камер с разным пространственным разрешением (от 1.4 мкм до 150 мкм), площадью чувствительного элемента, а также характерным временем экспозиции.

Представлены их технические характеристики и границы применимости для каждого из них.

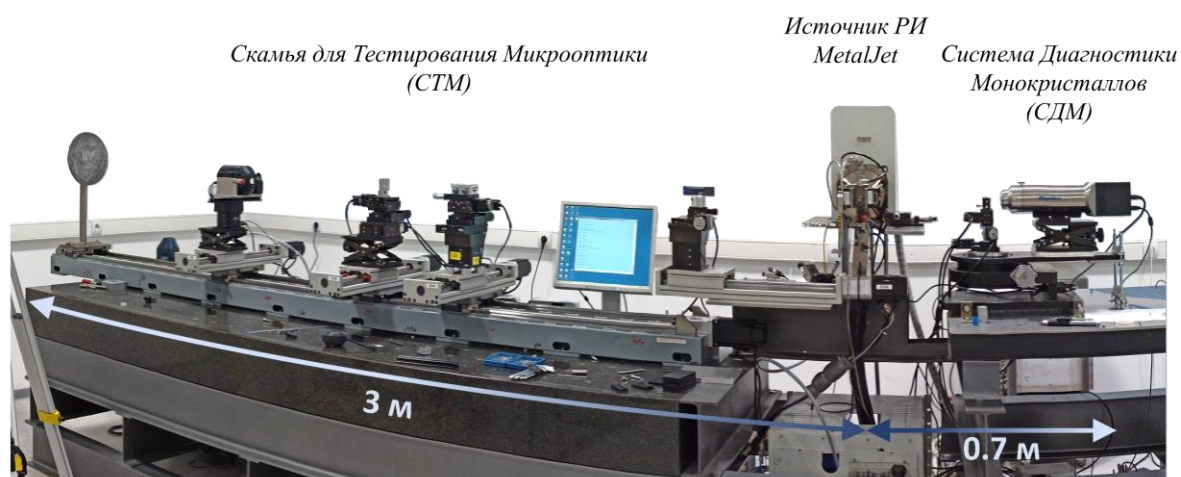


Рис. 1. Фото комплекса «SynchrotronLike».

В конце главы представлено описание двух систем позиционирования оптических элементов, расположенных напротив двух каналов вывода излучения рентгеновского источника. Первая из них, расположенная слева от источника, – Скамья для Тестирования Микрооптики (СТМ), которая была разработана и сконструирована для тестирования рентгеновской оптики и новых методов исследования. Данная скамья является аналогом станции ID06 ESRF, что позволяет максимально приблизить уровень лабораторных экспериментов к уровню исследований, проводимых на синхротроне. СТМ состоит из 4 башен, размещенных вдоль пути распространения рентгеновского пучка на виброзащищенном гранитном столе длиной 3 метра. Каждая башня может быть собрана из различного набора моторизованных подвижек, что позволяет задавать необходимый набор степеней свободы для каждого элемента оптической схемы. С другой стороны от источника рентгеновского излучения находится Система Диагностики Монокристаллов (СДМ). С ее помощью выполняются исследования методом рентгеновской топографии. Она состоит из гониометра Crystal Logic для $\theta-2\theta$ сканирования и трех линейных подвижек Standa для позиционирования образцов в пучке.

Вторая глава настоящей диссертации посвящена методикам тестирования преломляющих рентгеновских линз и компактного рентгеновского трансфокатора на базе комплекса «SynchrotronLike». В начале главы описаны теоретические

основы работы преломляющих рентгеновских линз. Приведены основные выражения для расчета параметров преломления и поглощения рентгеновского излучения веществом, рассмотрена идеальная форма вогнутого профиля линз, а также их основные функциональные параметры:

1) Фокусное расстояние составной преломляющей линзы (СПЛ)

$$F = \frac{R}{2N\delta}, \quad (1)$$

где R – радиус кривизны вогнутого профиля, N – количество двояковогнутых линз в СПЛ, δ – декремент показателя преломления $n=1-\delta+i\beta$ материала линз.

2) Эффективная апертура СПЛ

$$A_{eff} = 2\sqrt{2\ln 2} \sqrt{\frac{F\delta}{\mu}}, \quad (2)$$

где $\mu = 4\pi\beta / \lambda$ – линейный коэффициент поглощения, β – мнимая часть показателя преломления, характеризующая поглощение материала линз, λ – длина волны излучения.

3) Дифракционный предел разрешения

$$S_f \approx \frac{\lambda F}{A_{eff}}. \quad (3)$$

Разработанные методики были апробированы в процессе тестирования двух короткофокусных полимерных СПЛ на лабораторном комплексе «SynchrotronLike». Первая СПЛ включала 184 микрокапиллярные сферические линзы с радиусом кривизны 50 мкм. Вторая СПЛ была изготовлена методом двухфотонной лазерной литографии и состояла из 7 параболических микролинз с радиусом кривизны 5 мкм. Фокусное расстояние F первой СПЛ определялось по набору из 21 изображения пучка, полученному рентгеновской камерой на нескольких расстояниях L_2 в диапазоне от 8.3 см до 10.3 см за линзами. Данный диапазон находился в окрестности $L_2 = 9.3$ см, рассчитанного по формуле $1/F=1/L_1+1/L_2$, где L_1 – расстояние от источника до линз, установленного равным

9.3 см. В результате для характеристического излучения микрофокусного источника MetalJet ($\text{GaK}\alpha_1$, $E = 9.251$ кэВ) фокусное расстояние сферической СПЛ было равно 4.65 см, что соответствует расчётному значению и обусловлено большим количеством преломляющих элементов N , размещенных вдоль оптической оси. Фокусное расстояние F параболической СПЛ оказалось равным 10 см и определялось методом ножевого сканирования с шагом перекрытия пучка 1 мкм в диапазоне расстояний L_2 от 7.5 см до 30 см (Рис. 2). Малое F у данных линз связано с малым радиусом кривизны R , которое в 10 раз меньше, чем у классических линз из алюминия и бериллия.

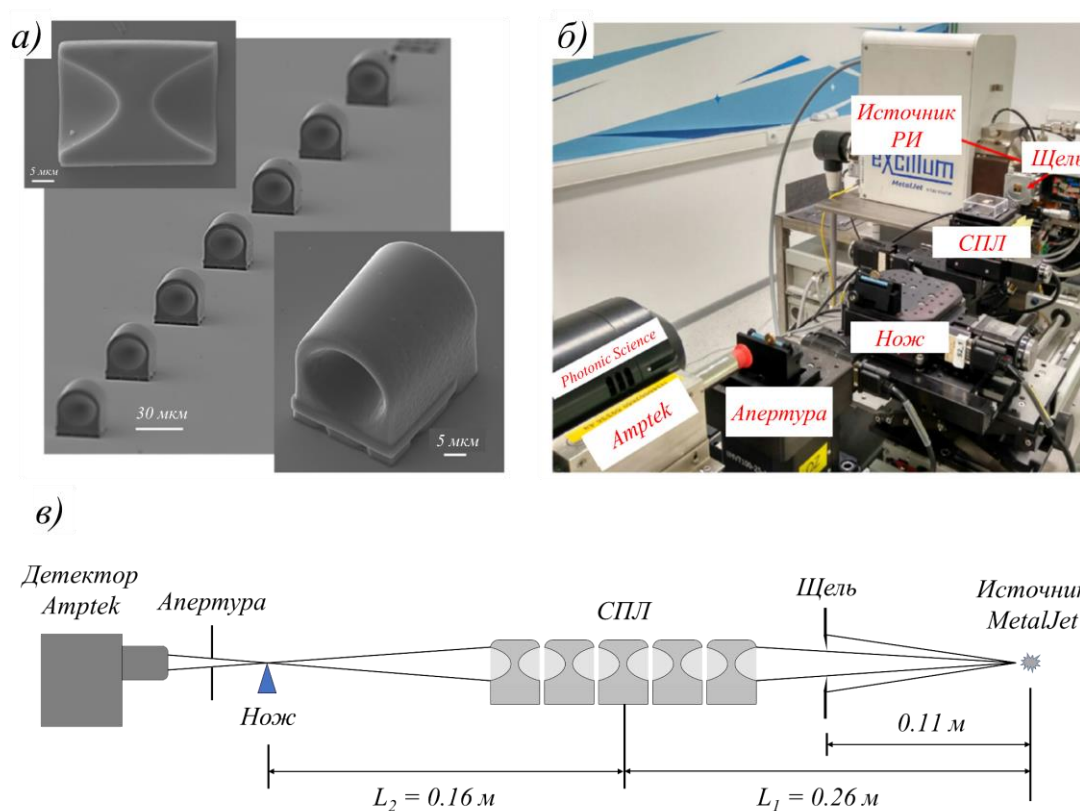


Рис. 2. Изображения параболических микролинз в сканирующем электронном микроскопе (а) и оптическая схема эксперимента по определению их фокусного расстояния в лаборатории (б, в).

Тестирование сферических микрокапиллярных линз в качестве объектива проводилось на базе комплекса «SynchrotronLike», где в качестве образца использовалась медная сетка с периодом 17 мкм. Для этого была собрана оптическая схема, передающая увеличенное в 5.5 раз изображение образца на камеру. Изображение было получено практически без искажений, что позволяет

использовать данные линзы в качестве объектива. Дополнительно было показано влияние монохроматичности излучения и разрешающей способности используемой рентгеновской камеры на качество изображения.

Параболические микролинзы были протестированы в качестве объектива в Европейском Центре Синхротронного Излучения (ESRF) на станции ID13B. Проектирование оптической схемы производилось с учетом фокусного расстояния, определенного в лабораторных испытаниях, что позволило значительно сократить время синхротронного эксперимента и подготовить новую СПЛ из 30 микролинз с радиусом кривизны 5 мкм. С использованием новой СПЛ удалось собрать рентгеновский микроскоп длиной «образец–камера» $L_1 + L_2$ менее 1 м с пространственным разрешением около 100 нм, определенным по изображению тестовой структуры.

В ходе эксперимента у линз был выявлен астигматизм, связанный с неодинаковой кривизной профиля в горизонтальном и вертикальном направлениях, что говорит о необходимости коррекции технологии изготовления. Дополнительно микролинзы были испытаны на радиационную устойчивость. С этой целью вышеописанный набор экспонировался в пучке в течение 5.5 ч из-за чего их размер уменьшился на 17%. При этом они не утратили свою способность к формированию и передаче изображения, что позволяет использовать их без замены в течение целой экспериментальной сессии.

Для тестирования компактного рентгеновского трансфокатора, изготовленного для станции P14 синхротрона PETRAIII, была разработана методика, позволяющая проверять точность и повторяемость позиционирования линз в пучке. С этой целью была собрана оптическая схема, в которой трансфокатор, оснащенный 20 алюминиевыми линзами с радиусом кривизны 50 мкм, был установлен на расстоянии 2 м от источника и 13.5 см от камеры Amsterdam Scientific с размером пикселя 55 мкм. При многократном вводе и выводе ламелей с линзами регистрировалось отклонение оси СПЛ, величина которого определялась с помощью поворотных подвижек, используемых для поиска положения с максимальной интенсивностью пучка, проходящего через линзы. В результате эксперимента было установлено, что отклонение не превышает $0.01^\circ \pm 0.005^\circ$, что соответствует смещению крайних линз на 6 мкм и указывает на деформацию ламелей при их механическом контакте с опорной плоскостью

трансфокатора. Медные ламели были заменены на ламели из сплава меди и бериллия, которые обладают большей твердостью, релаксационной стойкостью и устойчивостью к коррозии.

Третья глава посвящена реализации синхротронных экспериментальных методов в лабораторных условиях. Сюда входит малоугловая рентгеновская дифракция, работающая в дифрагированных образцом лучах, и высокоразрешающая рентгеновская микроскопия на базе преломляющих рентгеновских линз, позволяющая получать прямое и увеличенное изображение объекта.

Первый метод основан на оптическом Фурье-преобразовании, где вместо дифракционной решетки используется образец, а в качестве фокусирующей оптики – преломляющие рентгеновские линзы. Ранее малоугловая рентгеновская дифракция использовалась только на синхротронных источниках для исследования упорядоченных мезоскопических структур, таких как, например, коллоидные кристаллы [10]. Однако в настоящей диссертации удалось реализовать данный метод с использованием лабораторного источника рентгеновского излучения. На базе комплекса «SynchrotronLike» было выполнено два эксперимента: в геометрии на просвет и на отражение. В первом случае дифракция сфокусированного линзами излучения происходит при прохождении сквозь образец с периодом структуры d . В результате на расстоянии L за образцом формируется дифракционная картина с периодом $x = \lambda L / d$. В геометрии на отражение излучение дифрагирует от структуры, сформированной на поверхности образца и повернутой относительно оптической оси на угол θ . В этом случае расстояние между дифракционными максимумами составляет $x = \lambda L / (d \sin \theta)$.

Для тестирования оптической схемы с геометрией на просвет в качестве образца была использована гексагональная кремниевая сетка с $d = 4.2$ мкм (Рис. 3). В ходе данного эксперимента было исследовано влияние углового размера источника на разрешающую способность метода. В результате было сформулировано требование к параметрам оптической схемы, позволяющее реализовать данный метод в лаборатории. Для того чтобы дифракционные максимумы были различимы и не накладывались друг на друга, угловой размер источника должен быть меньше угла дифракции $2\theta = \lambda / d$. Дополнительно было исследовано влияние тормозного излучения на видность картины дифракции. С

помощью кремниевого зеркала, установленного под углом полного внешнего отражения и фильтрующего излучение с энергией более 10 кэВ, удалось повысить видность дифракционных максимумов с 25% до 85% и зарегистрировать дополнительные порядки дифракции.

Эксперимент в геометрии на отражение был реализован с использованием кремниевой пластины с находящимися на её поверхности линейными каналами с периодом $d = 10$ мкм. Образец был установлен в брэгговское отражение 111 ($\theta = 12.34^\circ$). В такой геометрии использование монохроматора не является необходимым ввиду того, что излучение монохроматизируется при отражении от монокристаллического образца. Расстояния между дифракционными максимумами, полученные в геометриях на просвет и на отражение, составили 30 мкм и 22 мкм, что соответствует расчетным значениям.

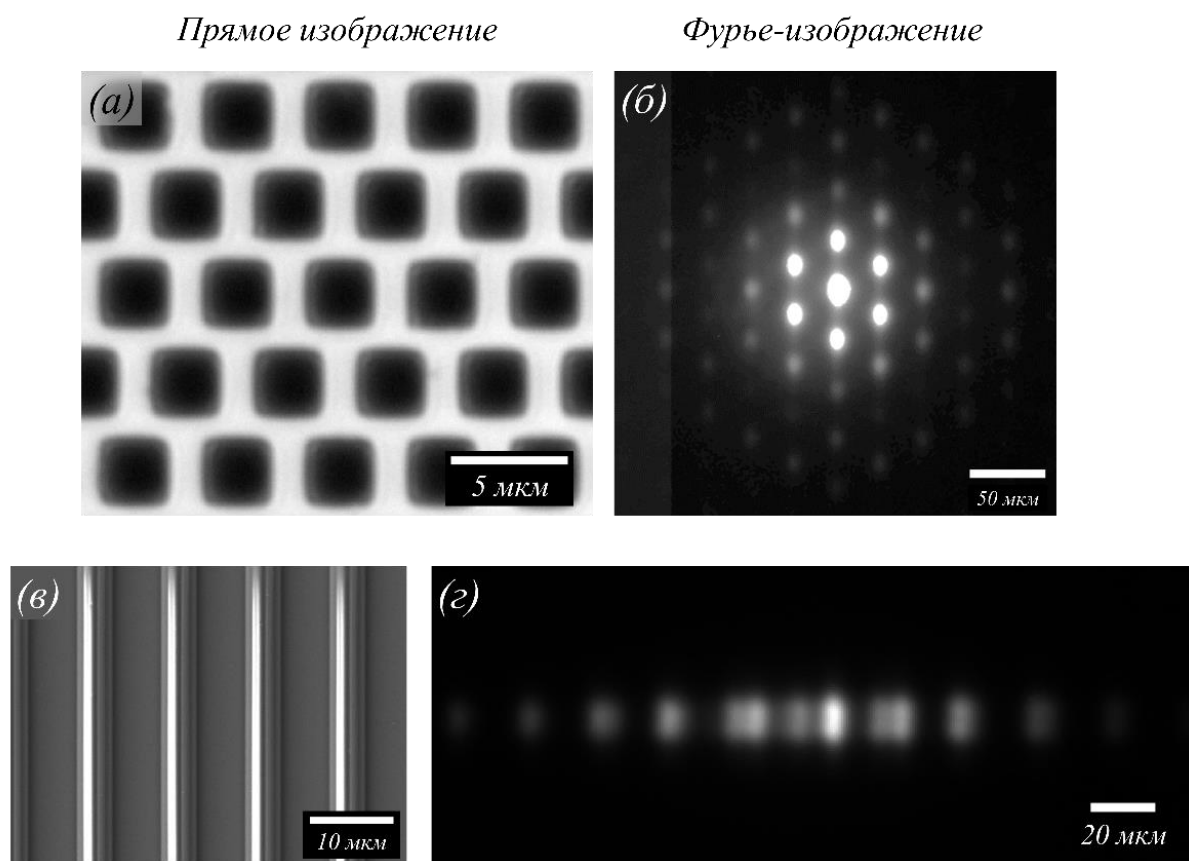


Рис. 3. Прямые изображения тестовых структур (а, в) и их Фурье-изображения (б, г), полученные методом малоугловой рентгеновской дифракции в геометрии на просвет (б) и на отражение (г).

В настоящей работе также была разработана оптическая схема высокоразрешающей рентгеновской микроскопии на основе преломляющих

рентгеновских линз. Преломляющая оптика способна эффективно работать в широком энергетическом диапазоне от 5 кэВ до 200 кэВ, что делает ее универсальным инструментом для исследования сильнопоглощающих объектов как на синхротронных источниках излучения, так и в лаборатории. В качестве тестовых образцов были использованы рентгеновская зонная пластина Френеля и Звезда Сименса. По их увеличенным в 3 раза изображениям было определено, что пространственное разрешение собранной оптической схемы составляет около 700 нм (Рис. 4). В ходе эксперимента также было исследовано влияние тормозного излучения на качество получаемых результатов. Его присутствие в спектре излучения приводит к сильным искажениям. Однако установка в оптическую схему кремниевое зеркало, фильтрующего излучение с энергией более 10 кэВ, позволила практически полностью избавиться от наблюдаемых хроматических aberrаций.

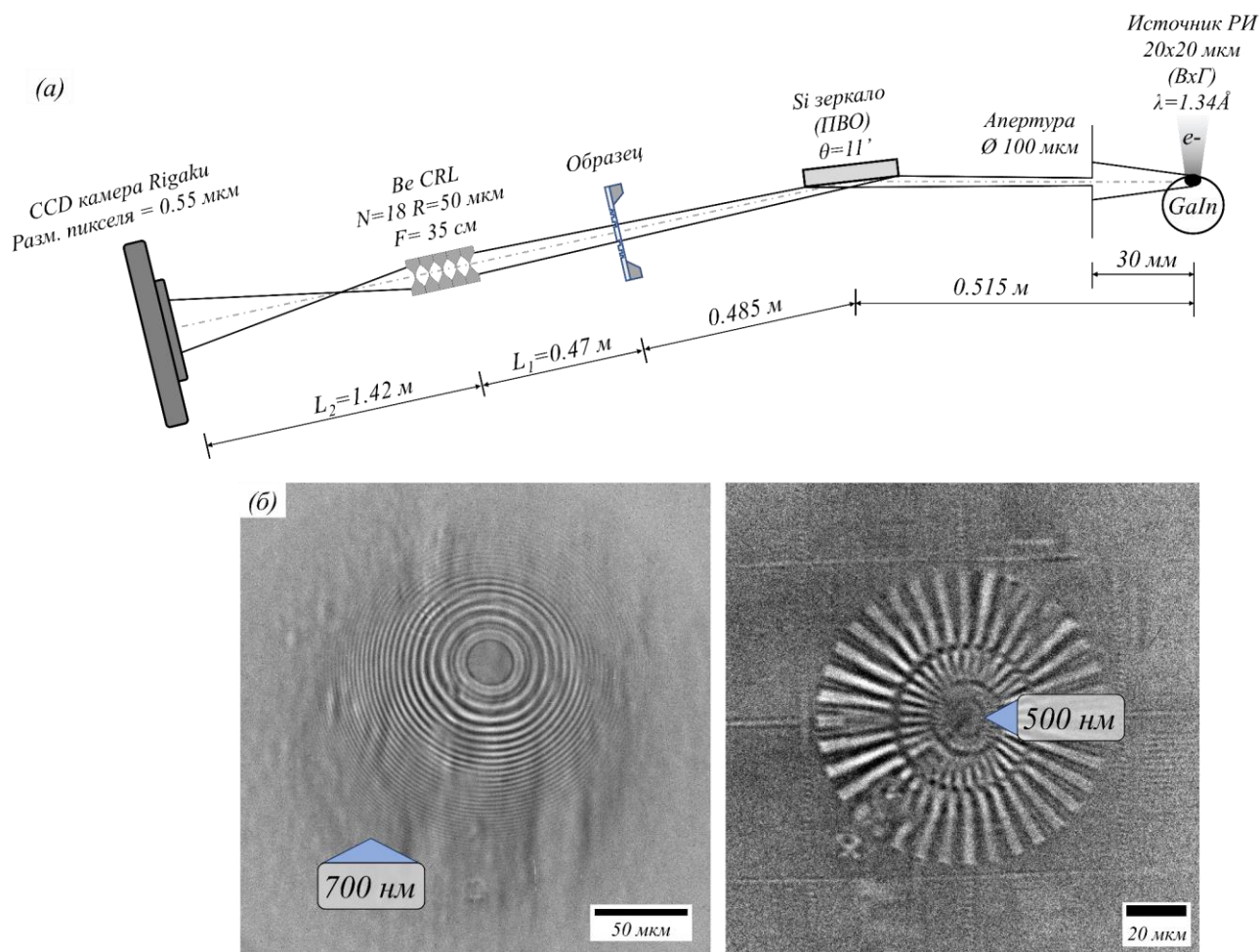


Рис. 4. (а) Оптическая схема эксперимента по высокоразрешающей рентгеновской микроскопии на базе преломляющих рентгеновских линз на комплексе «SynchrotronLike». Изображения рентгеновской зонной пластины Френеля (б) и Звезды Сименса (в) в собранном микроскопе.

Следует отметить, что использование линз позволяет практически полностью исключить влияние размера источника S на пространственное разрешение. Так, например, в проекционной схеме микроскопии ограничивающим фактором является параметр геометрической нерезкости $S_p = SL_2/L_1$, где L_1 и L_2 расстояния «источник–образец» и «образец–камера». Для достижения аналогичного увеличения и пространственного разрешения необходимо, чтобы размер источника S был не более 620 нм, что в 30 раз меньше, чем у использованной в эксперименте рентгеновской трубки. С помощью математического моделирования, заключающегося в определении амплитуды и фазы волнового поля в пространстве интегралом Френеля–Кирхгофа, было выявлено, что при использовании преломляющих линз размер источника влияет только на когерентность излучения и, следовательно, только на фазовый контраст формируемого изображения.

В четвертой главе представлены методики тестирования алмазной рентгеновской оптики и алмазных наковален с использованием лабораторного комплекса «SynchrotronLike».

Последние достижения в области разработки высокоярких микрофокусных рентгеновских трубок и высокоразрешающих рентгеновских камер позволяют приблизиться к пространственному разрешению, получаемому на синхротронных станциях, не только в рентгеновской микроскопии, но и в рентгеновской топографии. В настоящей работе такое оборудование, входящее в состав комплекса «SynchrotronLike», было применено для поиска и характеристики микродефектов кристаллической структуры алмазной рентгеновской оптики, а именно монохроматоров и преломляющих линз, а также широко используемых в физике высоких давлений алмазных наковален (Рис. 5).

Исследование вышеперечисленных объектов производилось с помощью однокристалльной оптической схемы, где образец располагался на расстоянии L_1 от источника 37.5 см, а от камеры – на расстоянии L_2 в диапазоне от 1.7 см до 4.3 см. Такое соотношение расстояний L_1 и L_2 позволило минимизировать значение параметра геометрического уширения $\delta x_s = SL_2/L_1$, влияющего на качество топограмм, вплоть до 1 мкм. На базе собранной оптической схемы производилось исследование возможности использования алмаза типа Ib в качестве материала для изготовления рентгеновских монохроматоров. В результате тестирования пластин в отражении 111 ($\theta_B = 18.99^\circ$) в геометрии Брэгга были отобраны два образца с

наилучшим качеством кристаллической структуры. У первой пластины размер бездефектной области оказался равен $1.7 \times 1.6 \text{ мм}^2$, а у второй – $1.8 \times 2.3 \text{ мм}^2$. Дальнейшее исследование образцов было выполнено на станции P01 синхротрона PETRAIII, оснащенной многокристальной системой монохроматизации, обеспечивающей ширину спектральной линии $\Delta E/E \sim 10^{-7}$. С использованием рентгеновского излучения с энергией 14.41 кэВ было произведено картирование исследуемых пластин кривыми качания в отражении 333 ($\theta_B = 38.84^\circ$). На основе полученных данных были измерены области внутри образцов, где ширина кривой качания составляет $2.6 \text{ мкрад} \pm 0.5 \text{ мкрад}$. У первой пластины размер данной области был равен $1 \times 2.2 \text{ мм}^2$, а у второй – $1 \times 1.6 \text{ мм}^2$. Полученные результаты демонстрируют пригодность исследованных кристаллов для монохроматизации синхротронного излучения.

Оптическая схема, собранная на базе лабораторного комплекса «SynchrotronLike», также была использована для исследования алмазной плосковогнутой линзы с радиусом кривизны 200 мкм. В данном эксперименте проверялось качество кристаллической структуры в области преломляющей поверхности линзы, обработанной методом лазерной абляции. Исследование производилось в отражении 400 ($\theta_{B(400)} = 48.72^\circ$) в геометрии Брэгга и в отражении 220 ($\theta_{B(220)} = 32.2^\circ$) в геометрии Лауэ. В результате на полученных топограммах было обнаружено неоднородное распределение интенсивности отраженного от преломляющей поверхности пучка. Это указывает на деградацию структуры алмаза в приповерхностном слое и необходимость дополнительной обработки, чтобы избежать возникновения aberrаций при использовании линз как в фокусировке рентгеновского излучения, так и в качестве объектива.

Алмазная наковальня исследовалась с использованием характеристического излучения источника MetalJet в отражении 400 ($\theta_{B(400)} = 48.72^\circ$) в режиме сканирования $\theta-2\theta$ и в тормозном излучении в отражении 111 ($\theta_{B(111)} = 19.49^\circ$), где топограмма была получена одним снимком. В отражениях 400 и 111 было получено по одной топограмме всей наковальни, которые регистрировались на камеру с размером пикселя 2.2 мкм. На них наблюдались множественные дефекты в виде полос роста и дислокаций. Кончик наковальни, подвергаемый наиболее высоким компрессионным нагрузкам, был исследован в отражении 400 с бóльшим увеличением на камеру с размером пикселя 0.55 мкм. В данной области также

наблюдались полосы роста, однако их структура указывает на проходящую через кончик наковальни границу секторов роста. Наличие дефектов кристаллической структуры вблизи кончика наковальни приводит к возникновению пластической деформации в условиях высокого давления, что снижает прочность и повышает риск преждевременного разрушения наковален [11].

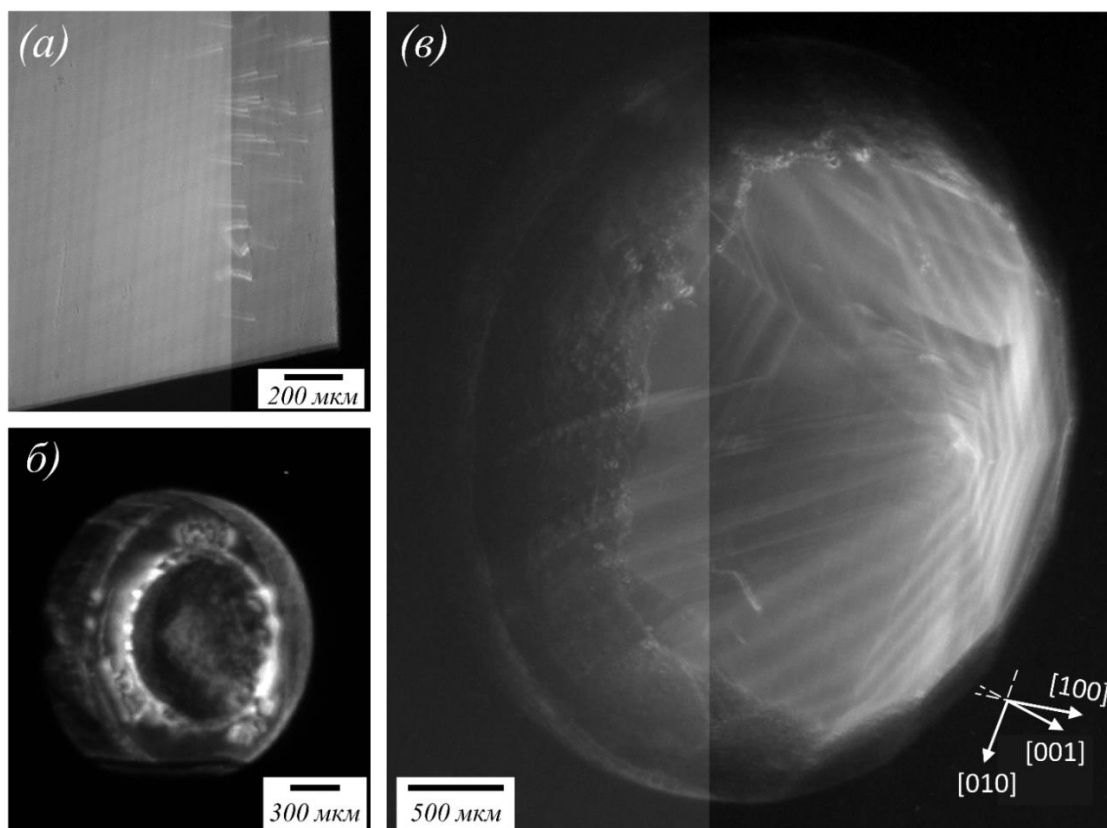


Рис. 5. Топограммы алмазной пластины (а) преломляющей алмазной линзы (б) и алмазной наковальни (в).

Основные результаты

1. Продемонстрирована практическая возможность использования лабораторного рентгенооптического оборудования для тестирования преломляющей и алмазной рентгеновской оптики, а также для выполнения подготовительных экспериментов перед проведением синхротронных исследований.
2. Разработаны экспериментальные методики тестирования преломляющей и алмазной рентгеновской оптики, позволяющие в лабораторных условиях определять фокусное расстояние преломляющих рентгеновских линз, их способность к передаче изображения, проверять точность и повторяемость позиционирования линз трансфокаторами, исследовать качество

кристаллической структуры алмазной рентгеновской оптики и алмазных наковален с высоким пространственным разрешением.

3. Разработаны две оптические схемы малоугловой рентгеновской дифракции, позволяющие исследовать упорядоченные мезоскопические структуры в геометрии на просвет и на отражение. Сформулировано требование к параметрам оптической схемы для успешной реализации в условиях лаборатории метода, ранее используемого только на синхротронных источниках.
4. Разработана оптическая схема для исследования объектов методом просвечивающей рентгеновской микроскопии с использованием преломляющих рентгеновских линз в качестве увеличивающего изображение объектива с 700 нм пространственным разрешением. Исследовано влияние тормозного излучения на качество получаемого изображения. Также численными и аналитическими методами показано, что размер источника практически не влияет на пространственное разрешение метода по сравнению с проекционной геометрией.

Цитируемая литература

1. Snigirev A., Snigireva I. High energy X-ray micro-optics // *Comptes Rendus Physique*. 2008. Vol. 9, № 5–6. P. 507–516.
2. Kirkpatrick P., Baez A. V. Formation of Optical Images by X-Rays // *J Opt Soc Am*. 1948. Vol. 38, № 9. P. 766.
3. Kreger D.R. An X-Ray Study of Waxy Coatings from Plants. Comparative Investigations, and the Application of a New Micro-Method for X-Ray Diffraction to Structural Problems with Ancillary Observations under the Polarising and the Electron Microscope. 3rd ed. *Recueil des travaux botaniques néerlandais*, 1948. Vol. 41. 603–736 p.
4. Baez A. V. Fresnel Zone Plate for Optical Image Formation Using Extreme Ultraviolet and Soft X Radiation // *J Opt Soc Am*. 1961. Vol. 51, № 4. P. 405.
5. Snigirev A. et al. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays // *Nature*. 1996. Vol. 384, № 6604. P. 49–51.
6. Snigirev A.A. Coherent properties of the third-generation synchrotron radiation sources: optical requirements // *Optics for High-Brightness Synchrotron Radiation Beamlines II. SPIE*, 1996. Vol. 2856. P. 26–33.
7. Roth T. et al. Materials for X-ray refractive lenses minimizing wavefront distortions // *MRS Bull*. 2017. Vol. 42, № 6. P. 430–436.
8. Assoufid L., Graafsma H. Next-generation materials for future synchrotron and free-electron laser sources // *MRS Bull*. 2017. Vol. 42, № 6. P. 418–423.
9. Antipov S. et al. Thermal analysis of the diamond compound refractive lens // *Advances in X-Ray/EUV Optics and Components XI*. 2016. Vol. 9963. P. 99630R.
10. Petukhov A. V. et al. Microradian X-ray diffraction in colloidal photonic crystals // *J Appl Crystallogr*. 2006. Vol. 39, № 2. P. 137–144.
11. Ji C. et al. Crystallography of low Z material at ultrahigh pressure: Case study on solid hydrogen // *Matter and Radiation at Extremes*. 2020. Vol. 5, № 3. P. 038401.