

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«БАЛТИЙСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ИММАНУИЛА КАНТА»

На правах рукописи



Баранников Александр Александрович

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

1.3.2. – приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук,
А.А. Снигирев

Калининград - 2024

Оглавление

Введение	3
Глава 1. Научно-образовательный многофункциональный комплекс подготовки и проведения синхротронных исследований	10
1.1. Лабораторные источники рентгеновского излучения	10
1.2. Источники синхротронного излучения	20
1.3. Микрофокусный рентгеновский источник MetalJet с жидким GaIn анодом.....	24
1.4. Детекторный блок	26
1.5. Системы позиционирования оптических элементов	28
Глава 2. Методики тестирования преломляющих рентгеновских линз и устройств на их основе	31
2.1. Теоретические основы преломляющей рентгеновской оптики	31
2.2. Тестирование эпоксидных микрокапиллярных линз с помощью рентгеновской камеры.....	35
2.3. Тестирование полимерных микролинз, изготовленных с помощью двухфотонной лазерной литографии.....	39
2.3.1. Исследование фокусирующих свойств методом ножевого сканирования на базе лабораторного источника рентгеновского излучения	39
2.3.2. Тестирование в качестве передающего изображение объектива на источнике синхротронного излучения	42
2.4. Тестирование компактного рентгеновского трансфокатора	45
2.5. Заключение к главе 2	48
Глава 3. Реализация синхротронных экспериментальных методов в лабораторных условиях	50
3.1. Метод малоугловой рентгеновской дифракции	50
3.2. Просвечивающая рентгеновская микроскопия на базе преломляющих рентгеновских линз с субмикронным пространственным разрешением	58
3.3. Заключение к главе 3	70
Глава 4. Исследование внутренней структуры алмазной рентгеновской оптики и алмазных наковален методом рентгеновской топографии	73
4.1. Теоретические основы рентгеновской топографии	73
4.2. Исследование алмазных монохроматоров и делителей пучка для синхротронов 4-го поколения	77
4.3. Исследование алмазных преломляющих линз, изготовленных методом лазерной абляции.....	87
4.4. Исследование алмазных наковален	90
4.5. Заключение к главе 4	96
Заключение	98
Благодарности	99
Список литературы	100

Введение

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. Результаты, представленные в настоящей диссертации, демонстрируют возможности данной установки в решении задач, связанных с первичным тестированием рентгеновской оптики и реализацией различных, в том числе и синхротронных экспериментальных методов.

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. et al. 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. et al. 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. et al. 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. Shevyrталov S. et al. 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. et al. CRL-based ultra-compact transfocator for X-ray focusing and microscopy // *J. Synchrotron Rad.* – 2019. – Vol. 26. № 4. – P. 1208–1212.
6. Barannikov A. et al. 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. et al. Mini-Transfocator for X-ray Focusing and Microscopy // *Microsc. Microanal.* – 2018. – Vol. 24. № S2. – P. 290–291.
8. Serebrennikov D. et al. 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. K. et al. 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 G21К 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 ХОРТ-2019 (Йокогама, Япония, 2019 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 «Нанюуглерод 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 (РосСНИО) 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.

Глава 1. Научно-образовательный многофункциональный комплекс подготовки и проведения синхротронных исследований

1.1. Лабораторные источники рентгеновского излучения

Генерация рентгеновского излучения

Открытие рентгеновского излучения (РИ) В. К. Рентгеном было тесно связано с изучением электронных пучков или «катодных лучей», формируемых трубками Крукса [10,11]. В результате возник совершенно новый инструмент для изучения внутренней структуры материалов. После этого стали активно развиваться направления, связанные с генерацией и использованием рентгеновского излучения. Существующие в настоящее время рентгеновские трубки являются необходимым элементом практически любой лаборатории, занимающейся материаловедением. Процесс формирования рентгеновских фотонов в них происходит за счет бомбардировки металлической мишени пучком ускоренных электронов (Рис. 1.1 (а)). Пучок формируется с помощью термоэлектронной эмиссии, где отрицательный электрод (катод) под воздействием высокой температуры и большой разницы потенциалов U между ним и мишенью (анодом) испускает заряженные частицы. В результате ускорения электроны, падающие на анод, приобретают кинетическую энергию, равную $E_k = eU$, где e – заряд электрона. Для того чтобы данные частицы не взаимодействовали с молекулами воздуха, анод и катод помещают в вакуумную среду, из которой излучение выходит к пользователю через прозрачное окно.

В результате попадания ускоренных электронов на поверхность анода возникают два эффекта, способствующих генерации рентгеновского излучения (Рис. 1.1 (б)). Первый связан с торможением заряженных частиц при их взаимодействии с ядрами и электронами материала анода. В зависимости от степени данного взаимодействия кинетическая энергия падающих электронов E_k уменьшается на некоторую величину $E = E_k - E_k'$, которая равна энергии испускаемых фотонов. Поэтому излучение, полученное в результате данного эффекта, называется тормозным. Его спектр имеет непрерывную форму с максимальной энергией фотонов, равной E_k (Рис. 1.1 (в)) и ограниченной ускоряющим напряжением трубки U . Параметр U также влияет и на количество генерируемых фотонов, характеризующих интенсивность излучения. Чем выше напряжение, тем глубже в материал анода проникают электроны и тем больше взаимодействий они испытывают. Кроме этого, интенсивность тормозного излучения можно увеличить, используя бóльший ток трубки $I_{\text{трубки}}$ и материал анода с бóльшим атомным

номером Z . Первый параметр характеризует количество электронов, падающих на мишень в единицу времени, а второй – количество электронов и протонов в атомах анода.

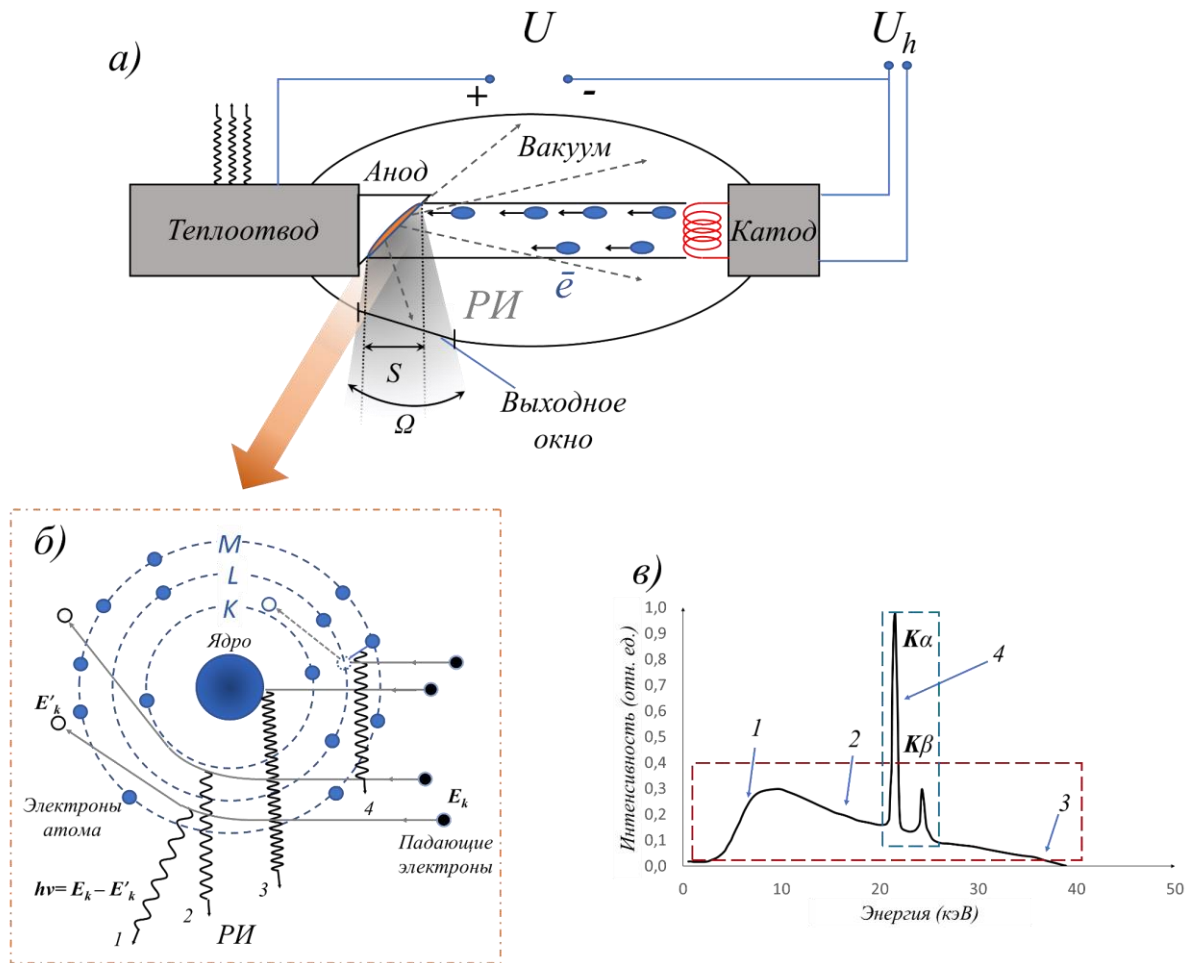


Рис. 1.1. Принципиальная схема рентгеновской трубки со стационарным анодом (а), схема процессов генерации рентгеновского излучения (б) и пример спектра излучения трубки с серебряным анодом и ускоряющим напряжением 40 кВ (в). S – размер источника рентгеновского излучения, области внутри которой генерируются фотоны, Ω – угловая расходимость выходящего из трубки пучка РИ. 1-3 – тормозное излучение, возникающее в результате изменения траектории падающих электронов в поле ядер атомов анода, 4 – характеристическое излучение, продуцируемое в результате заполнения вакансий выбитых электронов электронами с верхних энергетических уровней.

Вторым эффектом взаимодействия ускоренных заряженных частиц с атомами анода является выбивание электронов с внутренних энергетических оболочек. При заполнении появившихся вакансий электронами с внешних уровней генерируется рентгеновское излучение. Энергия данного излучения равна разности энергетических уровней оболочек атомов, между

которыми осуществляется переход. Каждый материал анода имеет свой уникальный набор энергетических уровней, который отражается в спектре излучения в виде пиков, поэтому излучение называется характеристическим. Таким образом, спектр излучения, генерируемого лабораторными трубками, содержит в себе как элементы тормозного, так и характеристического излучения.

Одним из самых важных параметров любого источника рентгеновского излучения является его яркость B . Данный параметр, согласно формуле (1.1), характеризует количество испускаемых фотонов N за время t областью площадью A в пределах телесного угла Ω и 0.1% от относительного спектрального интервала $\Delta\lambda/\lambda$. Яркость первых рентгеновских трубок составляла порядка 10^6 фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1% $\Delta\lambda/\lambda$.

$$B = \frac{N}{t \times A \times \Omega \times (0.1\% \times \Delta\lambda / \lambda)} \quad (1.1)$$

Исходя из этого, данный параметр характеризует пространственную, временную и энергетическую плотность потока рентгеновских фотонов. Рентгеновские трубки, однако, по этому параметру сильно ограничены по сравнению с синхротронными источниками, которые будут рассмотрены в п. 1.3. Кроме того, генерируемый трубками рентгеновский пучок распространяется во всех направлениях, ввиду чего количество фотонов, падающих на образец и детектор, значительно уменьшается при удалении от источника. Это объясняет актуальность разработки лабораторных рентгеновских трубок высокой яркости.

Эффективность перехода кинетической энергии падающих на анод электронов в энергию тормозного излучения можно оценить по формуле [12]:

$$\eta = kZU \times 100\% \quad (1.2)$$

где k – коэффициент пропорциональности, равный 1.1×10^{-9} . Таким образом, у рентгеновской трубки с вольфрамовым анодом ($Z = 74$) при напряжении 100 кВ эффективность генерации составляет всего 0.8%. Даже без учета характеристического излучения можно сказать, что в энергию рентгеновских фотонов переходит около 1% от суммарной энергии падающих на анод электронов. Остальные 99% конвертируются в тепло, что приводит к повреждению анода в результате плавления и является основным фактором, ограничивающим яркость рентгеновских трубок (Рис. 1.2). Данный процесс не позволяет одновременно использовать электронный пучок высокой мощности и маленькую площадь засветки анода A , определяемую размером фокального пятна электронного пучка. В связи с этим рентгеновские трубки можно классифицировать по размеру фокального пятна и по способу повышения термоустойчивости анода.

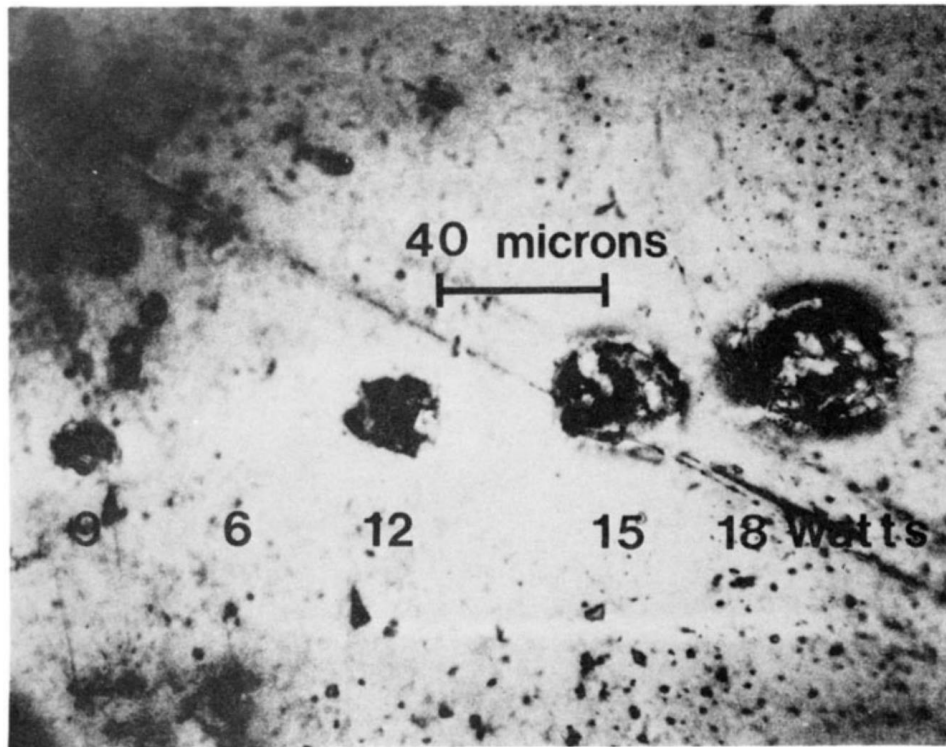


Рис. 1.2. Фотография поверхности молибденового анода со следами воздействия электронного пучка мощностью 6 – 18 Вт. Длительность облучения составляла 1 мин. Взято из [13].

Необходимость в минимизации области засветки анода связана с влиянием данного параметра на разрешающую способность многих исследовательских методов. Если спроецировать эту область на плоскость, перпендикулярную оптической оси рентгеновского пучка, то мы получим размер источника S . Из общего курса физики известно, что если освещать объект большим источником, то его очертания на экране будут размыты из-за формирования полутени, которая также называется пенумброй или геометрической нерезкостью изображения (Рис. 1.3 (а)). Величина полутени $S_p = SL_2/L_1$ напрямую зависит от размера источника и расстояний «источник-объект» L_1 и «объект-экран» L_2 . Следовательно, чтобы добиться высокого проекционного увеличения $M = (L_1 + L_2)/L_1$ с минимальным размытием изображения, необходимо использовать рентгеновские трубки, формирующие источник наименьшего размера S . Кроме того, малый размер позволяет добиться большей пространственной когерентности излучения, от которой, в свою очередь, зависит формирование фазового контраста [14], который необходим для исследования объектов, слабо поглощающих рентгеновское излучение. А в методах, использующих преломляющую рентгеновскую оптику для фокусировки излучения, размер рентгеновского фокального пятна $S' = SL_2/L_1$ прямо пропорционален размеру источника (Рис. 1.3 (б)). Использование маленького фокального пятна позволяет лучше локализовать область исследований как в дифракционных методах, так и в методах рентгеновской

спектроскопии и рассеяния. Более того, от данного параметра напрямую зависит разрешающая способность сканирующей рентгеновской микроскопии [15].

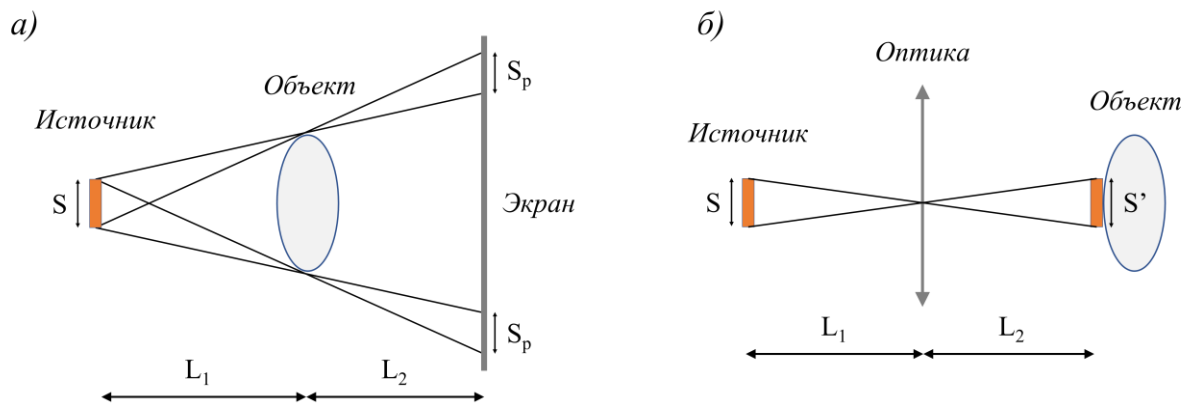


Рис. 1.3. Влияние размера рентгеновского источника S на резкость изображения и размер фокального пятна. Принципиальные оптические схемы метода проекционной микроскопии (а) и фокусировки излучения преломляющей оптикой (б).

Классификация рентгеновских трубок

Стандартные трубки формируют размер источника S не менее 1 мм в диаметре и подходят практически для всех приложений, не требующих высокого пространственного разрешения или строгой локальности области исследований, как, например, в медицине или при изучении макрообъектов. У микрофокусных рентгеновских трубок (Hamamatsu, Excillum MetalJet, Rigaku, Bruker) размер источника составляет 1 – 200 мкм. Пространственная когерентность генерируемого ими излучения становится достаточной для формирования фазового контраста в лабораторных методах рентгеновской микроскопии. Рентгеновские трубки, способные формировать источник рентгеновского излучения диаметром менее 1 мкм, называются нанофокусными (Hamamatsu, Excillum Nanotube) [16]. Они позволяют добиться высокого проекционного увеличения M в микроскопии с минимальным размером геометрической нерезкости S_p [17].

Конструкция рентгеновских трубок может быть самой разной в зависимости от заявляемых характеристик и вкладываемого в них функционала. Например, они могут быть закрытого (отпаянного) типа или открытого (Рис. 1.4). Первые являются неразборными, что исключает возможность замены комплектующих. Вакуумная среда в них создается еще на производстве и поддерживается за счет герметичной емкости, в которую помещены все элементы. Рентгеновским трубкам открытого типа можно проводить техническое обслуживание в ходе эксплуатации. После замены необходимых деталей вакуумная среда восстанавливается с

помощью специальных вакуумных насосов, которые могут как поставляться с трубкой, так и приобретаться отдельно.

*Рентгеновские трубки
закрытого типа*

а)



*Рентгеновская трубка открытого
типа*

в)



Рис. 1.4. Фотографии рентгеновских трубок закрытого типа (4 БПМ 8-250 (а) [18], Hamamatsu L12531 (б) [19]) и открытого типа (Hamamatsu L10711-03 (в) [20]). Черной стрелкой на рисунке (в) указано соединение с вакуумным насосом.

Также существуют рентгеновские трубки, у которых рентгеновский пучок сонаправлен с пучком электронов, в отличие от представленной на рис 1.1 (а) схемы. Такие трубки называются прострельными, и в них электронный пучок направлен в сторону выходного окна, на поверхность которого нанесена мишень (анод). Так как рентгеновскому излучению необходимо пройти сквозь нее, то толщина мишени играет немаловажную роль. С одной стороны, интенсивность генерируемого излучения увеличивается с толщиной мишени, а с другой – увеличивается и поглощение в материале. Для каждого материала существует своя оптимальная толщина, которая может варьироваться от долей до десятков микрон [21]. Массивный анод у классических трубок лучше рассеивает тепло и обладает более высокой термоустойчивостью, благодаря чему

способен выдерживать на 1–2 порядка большую мощность электронного пучка. Однако прострельный анод позволяет формировать рентгеновский источник меньшего размера S , в связи с чем нанофокусные рентгеновские трубки относятся именно к этому типу. Несмотря на сравнительно небольшую мощность (~ 10 Вт), высокая проникающая способность генерируемого излучения может достигаться за счет высокого ускоряющего напряжения (160 кВ Excillum NanoTube N3) и высокой энергии характеристической линии (60 кэВ, $W K\alpha_1$). Благодаря этому с их помощью можно выполнять дефектоскопию элементов электроники и микросхем.

Существует несколько способов избежать перегрева анода. Прежде всего необходимо использовать материалы, которые одновременно обладают достаточно высоким атомным номером для генерации интенсивного излучения и в то же время высокой температурой плавления и теплопроводностью. Параметры некоторых материалов, используемых для изготовления анода, представлены в таблице 1.1. Для отведения тепла анод устанавливается на массивном медном основании, являющейся теплоотводом, внутри которого циркулирует вода или масло. Таким образом, характерная мощность стандартных рентгеновских трубок может составлять несколько киловатт.

Таблица 1.1. Параметры некоторых материалов анода рентгеновских трубок.

Атомный номер и обозначение вещества	Энергия характеристической линии $K\alpha_1$, кэВ	Температура плавления, К	Теплопроводность, Вт/(м*К)
13 Al	1.486	933	237
24 Cr	5.414	2130	107
26 Fe	6.403	1812	92
27 Co	6.930	1768	122
29 Cu	8.047	1356	401
42 Mo	17.479	2623	143
47 Ag	22.162	1235	430
74 W	59.318	3695	197
79 Au	68.803	1337	320

Еще одним популярным способом повышения теплоустойчивости анода является его вращение. Вместо массивной неподвижной мишени устанавливается диск, подключаемый к электродвигателю (Рис. 1.5). При этом область засветки электронным пучком находится возле

края диска. Вращение диска позволяет менять положение области засветки, тем самым избегая длительного теплового воздействия в одной точке. Диаметр диска может достигать 100 мм, а скорость вращения – 10 тыс. об/мин. Такая конструкция позволяет повысить мощность трубки до 20 кВт (Canon XRR-3352).



Рис. 1.5. Фото рентгеновской трубки с вращающимся анодом Canon XRR-3352 [22]. Цифрами 1 и 2 отмечены катод и анод.

Помимо лабораторных рентгеновских источников с непрерывной генерацией излучения также существуют и импульсные [23,24]. В них на анод в течение короткого промежутка времени ($10^{-3} - 10^{-9}$ с) и с высокой частотой (1 Гц – 10^3 Гц) подается электронный пучок очень высокой мощности, вплоть до нескольких мегаватт. Для создания такого пучка используется взрывная электронная эмиссия [25]. Данный процесс заключается в генерации плазмы на поверхности катода, в результате чего между катодом и анодом проходит большой ток величиной до нескольких килоампер. Поверхность катода при этом медленно разрушается, поэтому для увеличения срока его службы генерация электронов происходит импульсно. Кроме того, использование импульсов позволяет избегать короткого замыкания, так как их длительность несколько меньше, чем время, за которое электронное облако преодолевает путь между двумя электродами. Размер источника S у таких трубок составляет более 0.5 мм, а область применения лежит в исследовании образцов в макромасштабе в медицине и промышленности. Например, портативные версии (АРИНА, ПАМИР, ШМЕЛЬ, Golden Engineering) широко используются для дефектоскопии сварных швов стали толщиной более 10 мм.

Принципиально иным способом повышения яркости рентгеновских трубок является использование жидкого анода (MetalJet Excillum) [26,27]. В таких устройствах анод в виде струи жидкого металла истекает из сопла в область фокусировки электронного пучка. Затем разогретый после воздействия электронов анод попадает в резервуар, где перемешивается с остальным объемом жидкого металла, отдавая тепло теплообменнику, и перекачивается обратно к соплу с помощью насоса. Регенеративные свойства жидкой формы исключают деградацию поверхности

анода, что позволяет использовать более плотный пучок электронов и достигать более высокой яркости по сравнению с рентгеновскими трубками с вращающимся анодом. Этому также способствует тот факт, что удельная теплота парообразования веществ во много раз больше удельной теплоты плавления, следовательно, для испарения анода требуется гораздо больше тепловой энергии. Экспериментальные результаты, представленные в настоящей работе, были получены с использованием именно такого типа рентгеновских источников. Более подробное описание со всеми техническими характеристиками будет дано в п. 1.3.

В качестве материала мишени у рентгеновских источников с жидким анодом используются сплавы галлия, индия и олова, у которых температура плавления близка к комнатной [28,29]. При этом, изменяя процентное соотношение каждого из элементов в сплаве, можно менять интенсивность необходимой характеристической линии спектра излучения. Например, используя сплав с 95% содержанием галлия и 5% индия, наиболее интенсивной будет линия $GaK\alpha_1$ с энергией 9.251 кэВ. При этом в сплаве, состоящем из 68% галлия, 22% индия и 10% олова, в спектре излучения будут присутствовать две интенсивные линии $GaK\alpha_1$ и $InK\alpha_1$ (24.2 кэВ).

Несмотря на то, что использование металлического анода является повсеместной практикой при генерации рентгеновского излучения, также существуют работы, где в качестве анода использовались вода [30] и метанол [31]. В первом случае использование неметаллического анода позволило генерировать рентгеновский пучок с характеристической линией кислорода ($E = 525$ эВ, $\lambda = 2.36$ нм), находящейся в «окне прозрачности воды». Однако такой способ генерации не обеспечивает высокую яркость источника излучения по сравнению с лазерной плазмой [32]. В случае с метанолом излучение оказалось исключительно тормозным, не имея в спектре каких-либо характеристических линий.

Помимо яркости еще одним популярным параметром для характеристики производительности рентгеновских трубок является плотность мощности ρ_w . Она пропорциональна яркости и равна отношению мощности электронной пушки $P = UI_{\text{трубки}}$ к площади области засветки анода A . Данный параметр более удобен, так как в отличие от яркости не требует подсчета количества генерируемых фотонов. Ниже приведена сравнительная таблица плотности мощности всех вышеописанных типов лабораторных рентгеновских источников некоторых моделей (Таблица 1.2.).

Здесь в качестве удобства вместо площади области засветки анода используются её характерные размеры по горизонтали x и вертикали y , где $A = xy$. Такой способ расчета не учитывает реальную форму этой области, однако полученные значения ρ_w позволяют сравнить лабораторные источники различных типов с достаточной точностью. При расчетах параметры x и y были приняты равными, так как в технической документации к рентгеновским трубкам

указывается характерный размер источника лишь по одному направлению. Помимо этого, из маркетинговых соображений производители микро- и нанофокусных рентгеновских трубок указывают только максимальную мощность трубки и минимальный размер области засветки анода. Однако рентгеновские трубки не способны работать на полную мощность в высокоразрешающем режиме (с минимальным A). Поэтому в таблице присутствуют ссылки на работы, где указаны реальные параметры, использованные в экспериментах.

Таблица 1.2. Сравнение плотности мощности ρ_w некоторых моделей рентгеновских трубок. U_{max} – максимальное ускоряющее напряжение трубки, P – мощность трубки, x и y характерные горизонтальные и вертикальные размеры фокального пятна электронного пучка на поверхности анода.

Наименование модели	U_{max} , кВ	P , кВт	x , мкм	y , мкм	ρ_w , кВт/мм ²
Стационарный анод					
10БДМ24-115	115	10	3200	3200	0.98
Siemens SR 160	160	0.8	800	800	1.25
Canon DF-183	125	4.2	1800	1800	1.3
Canon DF-151	110	0.68	500	500	2.7
Вращающийся анод					
Rigaku ultraX 18	60 [33]	18	10 ⁴ [34]	500	3.6
Canon XRR-3352	125	25	700	700	51
Стационарный анод (<i>Импульсные источники</i>)					
Siemens SR 125/40/80-R (импульс 60 мс)	125	4	1000	1000	4
Siemens SR 125/40/100 (импульс 60 мс)	125	2.1	600	600	5.8
Golden Engineering XRS4 (импульс 10 нс, частота 9 Гц)	370	6 300	3000	3000	700
Комарский А.А. и др. [24] (импульс 20 нс, частота 5 кГц)	120	21 600	500	500	86 400
Стационарный анод (<i>Микрофокусные источники</i>)					
BCB25	60	0.3	75	2000	2
Hamamatsu L14351-02	180	0.09	200	200	2.25
Rigaku MicroMax-003	50	0.3 [35]	100	100	30
Bruker SKYSCAN 1275	100	0.004	5	5	160

Вращающийся анод (<i>Микрофокусные источники</i>)					
Rigaku MicroMax-007 HF	35 [36]	0.875	70	70	178
Rigaku FR-X	45 [37]	3	70 [38]	70	612
Жидкий анод (<i>Микрофокусные источники</i>)					
Excillum MetalJet D2+ 70 kV	70	0.25	35	9	200
Excillum MetalJet D2+ 70 kV	70	0.06	20	5	800
Стационарный прострельный анод (<i>Нанофокусные источники</i>)					
Hamamatsu L10711-03 [39]	75	0.014	1	1	14 000
Excillum Nanotube N1 60 kV [17]	60	0.00091	0.3	0.3	10 000

Наибольшие значения параметра ρ_w и, следовательно, яркость имеют нанофокусные рентгеновские трубки и некоторые импульсные источники. Однако нанофокусные источники ввиду малой мощности больше подходят для микроскопии и томографии с высоким проекционным увеличением. Импульсные трубки обладают очень высокой мощностью, но имеют строгие ограничения на время работы (не более 15 мин в час для коммерчески доступных устройств) из-за сильного нагрева. Кроме того, они обладают достаточно большой областью засветки анода (0.5 – 3 мм), что делает их более подходящими для дефектоскопии макрообъектов. Наиболее компромиссными с точки зрения размера и мощности источника являются микрофокусные рентгеновские трубки. Они обеспечивают оптимальное пространственное разрешение для исследования объектов в микро масштабе и при этом позволяют использовать достаточно сложные экспериментальные методы, например рентгеновскую дифракцию.

1.2. Источники синхротронного излучения

Ввиду того, что часть экспериментальных исследований в настоящей диссертации выполнена на синхротронных источниках, следует рассмотреть принципы их работы и отличия от лабораторных устройств. Изобретение таких источников значительно расширило возможности исследования внутренней структуры образцов с помощью излучения рентгеновского диапазона. Принципиальное отличие от рентгеновских трубок заключается в том, что торможение электронов в синхротронах осуществляется не за счет бомбардировки мишени, а с помощью магнитных систем, изменяющих траекторию движения заряженных частиц. Для этого их разгоняют до скорости, близкой к скорости света, после чего направляют в накопительное кольцо, представляющее собой набор прямых секций, расположенных по

замкнутому контуру. В узлах между секциями установлены дипольные магниты с постоянным магнитным полем, называемые поворотными магнитами. Проходя сквозь формируемое ими однородное магнитное поле, заряженные частицы под воздействием силы Лоренца испытывают центростремительное ускорение и испускают рентгеновские фотоны (Рис. 1.6).

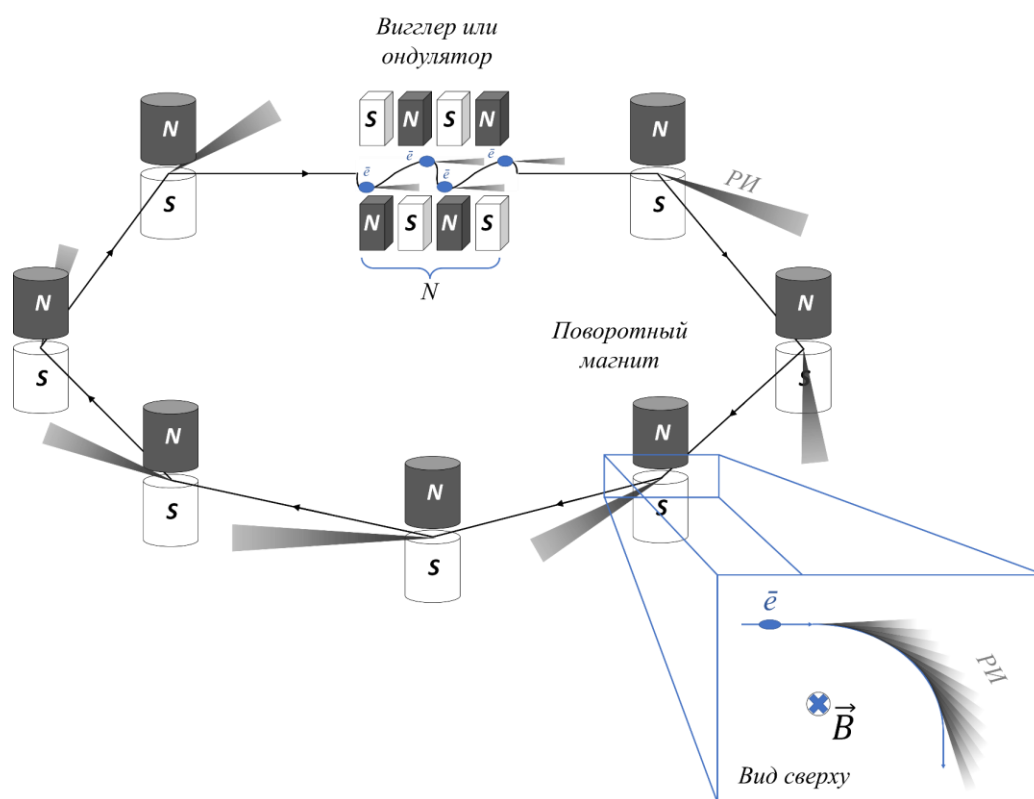


Рис. 1.6. Принципиальная схема накопительного кольца синхротрона.

Существует несколько поколений источников синхротронного излучения (СИ). Синхротроны первого поколения представляли собой ускорители заряженных частиц, используемые в исследованиях в области физике высоких энергий. Такие установки не были предназначены для генерации синхротронного излучения, которое считалось «паразитным». Однако источники второго поколения строились уже специально для генерации фотонов рентгеновского диапазона. Напротив каждого из поворотных магнитов по касательной к контуру накопительного кольца строились экспериментальные станции, где пучок использовался для различных исследований.

Механизм возникновения рентгеновских фотонов в синхротронных источниках эквивалентен механизму формирования тормозного излучения в рентгеновской трубке. Существенная разница заключается в скорости движения электронов. В лабораторных рентгеновских источниках используется ускоряющее напряжение порядка 100 кВ, и излучение распространяется изотропно во всех направлениях, в то время как синхротроны в процессе

ускорения заряженных частиц увеличивают их кинетическую энергию вплоть до нескольких ГэВ, формируя узкий рентгеновский пучок. Расходимость такого пучка в вертикальном направлении θ_v выражается как $1/\gamma$, где $\gamma = E/m_0c$ – релятивистский Лоренц-фактор, равный отношению полной энергии электрона к его энергии покоя. Таким образом, чем больше E , тем меньше угловой диапазон, в котором распространяется электромагнитное излучение. Например, для электронов с энергией 2 ГэВ параметр θ_v будет равен 250 мкрад. В горизонтальном направлении синхротронный пучок, выходящий из поворотного магнита, имеет форму широкого веера, размер которого регулируется щелями, находящимися на входе в оптический тракт станции.

Помимо коллимации пучка в вертикальном направлении, высокая скорость движения электронов позволяет увеличить частоту генерируемого излучения за счет эффекта Доплера. Так, при движении заряженной частицы по орбите кольца с некоторой циклической частотой ω_c основная доля энергии фотонов будет сдвинута в более высокие частоты с максимумом интенсивности в [40]:

$$\omega_{\max} = \frac{3}{2} \omega_c \gamma^3 \quad (1.3)$$

Несмотря на это, спектр электромагнитного излучения, генерируемого поворотными магнитами, достаточно протяженный и может захватывать диапазоны ультрафиолетового и даже видимого излучения.

Как и у лабораторных рентгеновских источников, интенсивность пучка, выходящего из поворотного магнита, пропорциональна количеству пролетающих сквозь него электронов N_e . Однако благодаря гораздо меньшей расходимости пучка яркость источника B , формируемого поворотным магнитом, составляет $10^{12} - 10^{16}$ фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1% ($\Delta\lambda/\lambda$), что минимум на порядок больше, чем у микрофокусных рентгеновских трубок с вращающимся и жидким анодом. Еще одно отличие от лабораторного рентгеновского излучения заключается в импульсности. Электроны движутся по кольцу не непрерывным потоком частиц, а сгустками, которых одновременно может быть один или несколько в зависимости от режима работы синхротрона.

Следующий виток в развитии синхротронных источников, ознаменовавший переход к 3-му поколению, произошел с началом использования прямых секций накопительного кольца для генерации излучения с помощью специальных устройств – вигглеров и ондуляторов. Они представляют собой наборы дипольных магнитов с чередующейся полярностью и нулевым интегральным магнитным полем. Проходя через такие устройства, электроны начинают колебаться из стороны в сторону перпендикулярно направлению движения, излучая

рентгеновские фотоны. Для них одним из важных параметров, характеризующим амплитуду колебаний, является коэффициент ондуляторности:

$$K = \frac{eB_u \lambda_u}{2\pi m c^2} = 0.934 B_u \lambda_u \quad (1.4)$$

где λ_u – период структуры дипольных магнитов, B_u – величина отклоняющего поля, e – заряд электрона, m – масса электрона, c – скорость света.

Для вигглеров коэффициент ондуляторности много больше единицы ($K \gg 1$). Они работают в сильном магнитном поле (5 – 10 Т), при этом имея небольшое количество магнитных периодов N (10 – 50). Ввиду высокой напряженности поля и небольшого количества диполей излучение является некогерентным, а его спектр протяженным. Несмотря на это, пучок коллимирован в обоих направлениях в пределах угла, равного K/γ , а интенсивность генерируемого таким устройством излучения прямо пропорциональна не только количеству электронов N_e , как в случае поворотного магнита, но еще и количеству магнитных периодов ($I \sim N \times N_e$). В результате яркость источника, формируемого вигглером, составляет $10^{16} - 10^{18}$ фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1% ($\Delta\lambda/\lambda$).

Ондуляторы обладают гораздо большим количеством магнитных периодов (100 – 200) с меньшей напряженностью поля (<0.5 Т). Коэффициент ондуляторности K у этих устройств меньше единицы, что говорит о небольшой амплитуде колебаний электронов, обеспечивающей формирование более узкого пучка фотонов с расходимостью $1/(\gamma\sqrt{N})$. Кроме этого, большое количество магнитных периодов N позволяет перекрываться световым конусам, возникающим при изгибе траектории пролета электронов, что приводит к возникновению интерференции. В результате спектр излучения в отличие от вигглера не является протяженным, а имеет ярко выраженные гармоники. Также из-за интерференции интенсивность излучения имеет уже квадратичную зависимость от количества диполей ($I \sim N^2 \times N_e$), благодаря чему яркость источника, формируемого ондулятором, составляет $10^{19} - 10^{21}$ фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1% ($\Delta\lambda/\lambda$).

В настоящее время общемировой тенденцией является переход к 4-му поколению синхротронных источников. Данный процесс заключается в модернизации магнитной структуры накопительного кольца, где увеличивается количество поворотных магнитов и используется магнитное поле меньшей мощности. Таким образом происходит замена существующей магнитооптической структуры типа «double bend achromat» (DBA) на другую типа «multi bend achromat» (MBA). Это позволяет значительно уменьшить эмиттанс электронного пучка, который можно определить как произведение среднеквадратичного размера источника на среднеквадратичную расходимость пучка электронов. Например, синхротронный источник

ESRF [41] в результате такого перехода уменьшил эмиттанс электронного пучка в 30 раз до 132 пм·рад, повысив яркость до 10^{22} фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1%($\Delta\lambda/\lambda$). К 4-му поколению также относятся источники MAX-IV (Лунд, Швеция) и Sirius (Кампинас, Бразилия), а источник PETRA планирует осуществить переход к 2027 году [42].

На территории Российской Федерации в настоящий момент ведется активная работа по строительству двух новых источников 4-го поколения. Сибирский Кольцевой Источник Фотонов (СКИФ с энергией электронов 3 ГэВ и эмиттансом 75 пм·рад планируется к запуску в новосибирском наукограде Кольцово в 2024–2025 гг. Второй источник – СИЛА, совмещающий в себе и синхротрон, и линейный лазер на свободных электронах, планируется ввести в эксплуатацию в 2033 году в Московской области (г. Протвино). Энергия электронов у источника СИЛА будет в два раза больше и составит 6 ГэВ. Появление таких установок значительно расширит возможности российского научного сообщества в проведении передовых научных исследований и избавит от необходимости использовать зарубежные синхротронные источники.

1.3. Микрофокусный рентгеновский источник MetalJet с жидким GaIn анодом

В 2013 году на базе Балтийского Федерального Университета им. Иммануила Канта был создан «Научно-образовательный многофункциональный комплекс подготовки и проведения синхротронных исследований» (сокр. «SynchrotronLike»). Комплекс ориентирован на решение задач, связанных с тестированием рентгеновской оптики и экспериментальных методов на её основе (Рис. 1.7). Входящее в состав комплекса «SynchrotronLike» оборудование позволяет моделировать эксперименты, выполняемые на источниках синхротронного излучения.

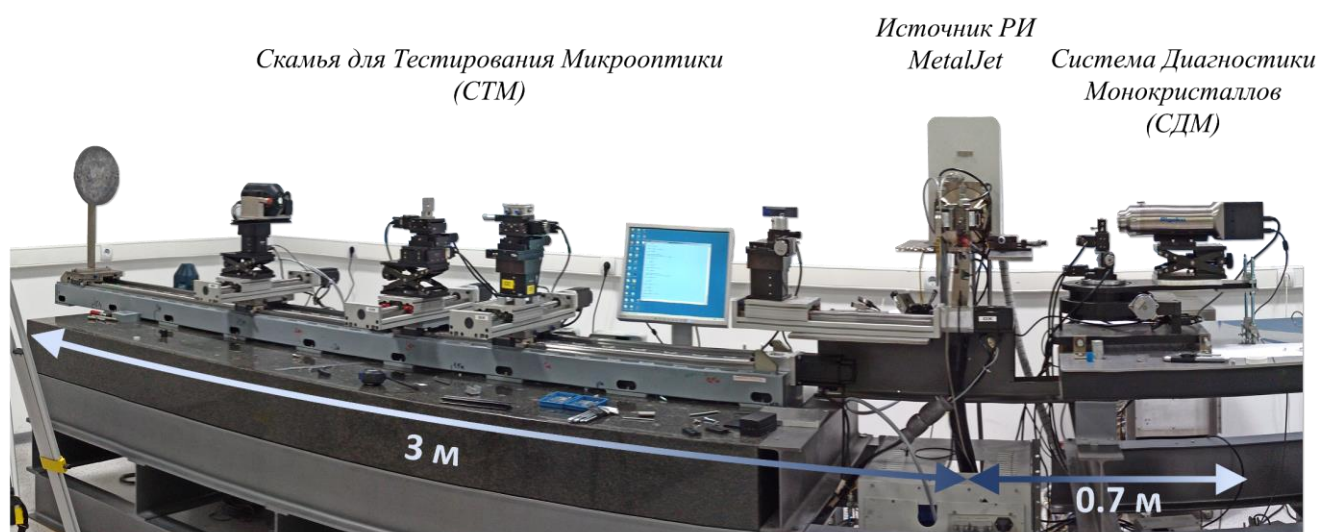


Рис. 1.7. Фотография комплекса «SynchrotronLike»

Основным элементом комплекса является микрофокусный рентгеновский источник MetalJet D2+ 70kV от компании Excillum [43]. Отличительной особенностью данного источника является использование жидкого сплава галлия и индия в качестве мишени. Ламинарная струя диаметром 180 мкм, нагнетаемая давлением 190 бар, вытекает из сопла (Рис.1.8). Благодаря регенеративным свойствам жидкой формы и высокой скорости перемещения анод способен выдерживать высокие термические нагрузки около 800 кВт/мм² в режиме работы 24/7 без какого-либо ухудшения качества пучка. Минимальный размер источника рентгеновского излучения составляет 10 мкм, а максимальная мощность электронной пушки равна 200 Вт. Яркость источника находится на уровне 10^{10} – 10^{11} фотонов/сек/мм²/мрад²/(0.1% $\Delta\lambda/\lambda$), что соизмеримо с яркостью поворотного магнита синхротрона [44] и на порядок выше, чем у стандартных рентгеновских трубок с твердым анодом. Ввиду того, что соотношение галлия и индия в сплаве составляет 95% и 5% соответственно, основной энергией излучения является GaK α_1 линия, равная 9.251 кэВ, с относительной спектральной шириной $\Delta\lambda/\lambda \sim 10^{-3}$.

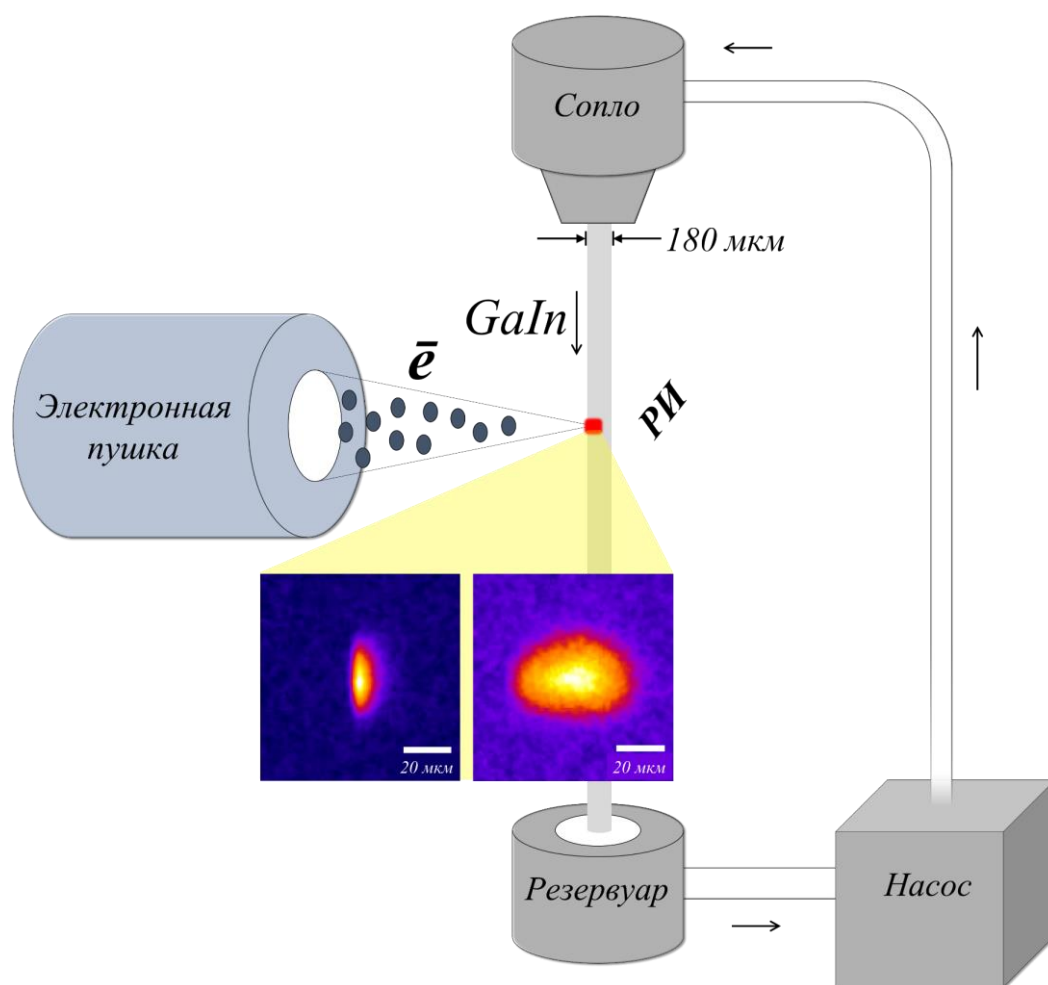


Рис. 1.8. Принципиальная схема работы микрофокусного рентгеновского источника MetalJet D2+ 70kV.

Источник MetalJet состоит из электронной пушки на основе LaB_6 катода с максимальным эмиссионным током 2.85 мА, которая оснащена магнитной оптикой, позволяющей изменять форму, размер и положение фокального пятна электронного пучка на поверхности анода; системы циркуляции анодного сплава, включающей в себя сопло, приемный резервуар и гидравлический насос, а также системы откачки вакуума, обеспечивающей давление внутри всей системы на уровне 10^{-10} бар, и системы контроля температуры, одновременно поддерживающей сплав в жидком состоянии и охлаждающей элементы корпуса во время генерации излучения.

1.4. Детекторный блок

Для регистрации данных во время эксперимента используется детекторный блок, состоящий из нескольких устройств: трех рентгеновских камер Amsterdam Scientific Timerix STPX-65k, Photonic Science 2k x 2k X-ray, Rigaku XSight Micron LC и энергодисперсионного детектора Amptek X-123SDD (Рис. 1.9). Камера Amsterdam Scientific обладает размером пикселя 55 мкм и областью видимости $14 \times 14 \text{ мм}^2$. Ввиду высокой чувствительности CMOS матрицы камера используется в экспериментах с низким уровнем интенсивности или требующих высокого временного разрешения. Максимальная частота кадров, которую может обеспечить данная камера, составляет 120 кадров/сек. При необходимости увеличить пространственное разрешение используется камера Photonic Science на основе sCMOS матрицы с размером пикселя 6.5 мкм и областью видимости $13 \times 13 \text{ мм}^2$. Она позволяет проводить эксперименты по фазовоконтрастной микроскопии макро- и микрообъектов со средним временем экспозиции, равным 300 миллисекунд. Наилучшим пространственным разрешением обладает CCD камера Rigaku. Она оснащена двумя объективами с увеличением 2.5x и 10x. Первый объектив обеспечивает эффективный размер пикселя, равный 2.2 мкм, и область видимости размером $6.5 \times 5.4 \text{ мкм}^2$, а при использовании второго объектива данные параметры уменьшаются до 0.55 мкм и $1.8 \times 1.3 \text{ мм}^2$ соответственно. Обладая столь высоким пространственным разрешением, среднее время экспозиции камеры Rigaku составляет несколько десятков минут.

Каждая камера обладает своими уникальными характеристиками, что позволяет подстраиваться под условия эксперимента, просто изменяя детектирующее устройство. Более подробная информация о камерах представлена в таблице 1.3.

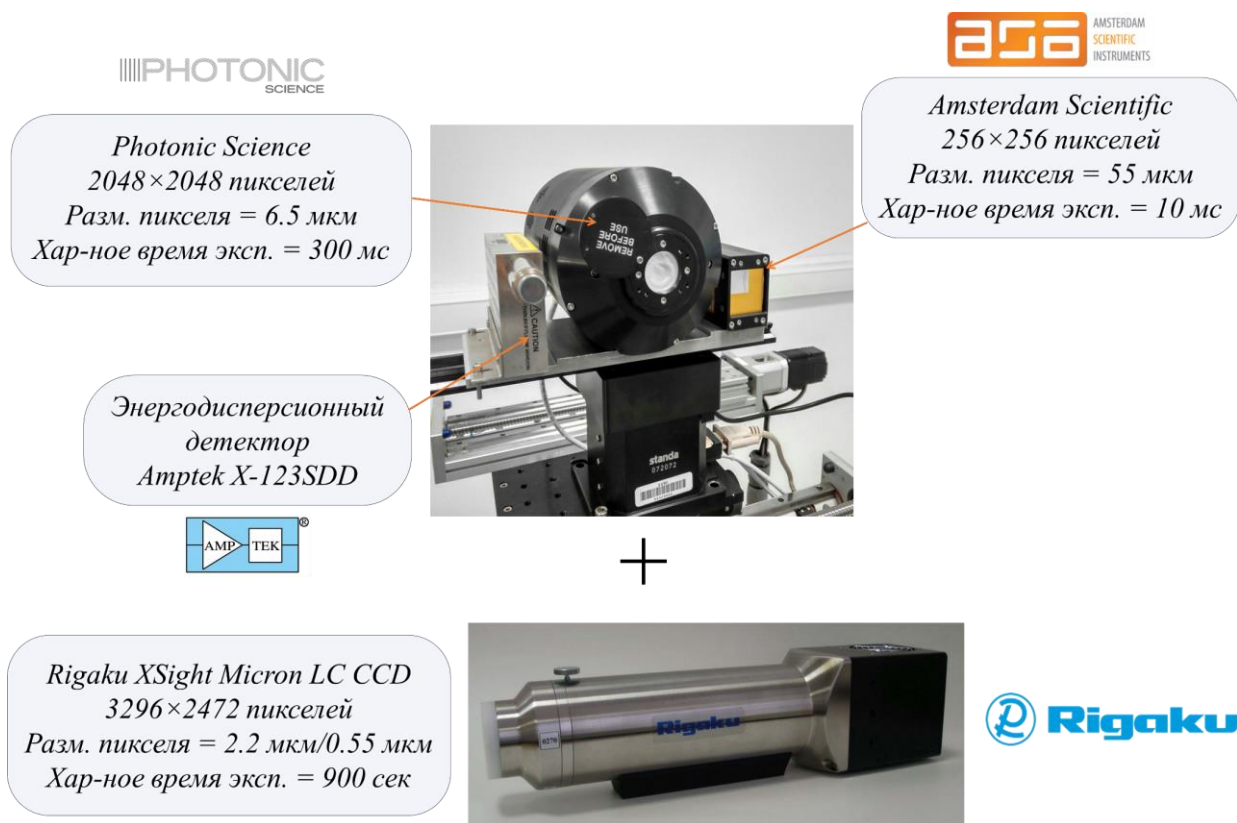


Рис. 1.9. Фотографии детектирующих устройств, входящих в состав комплекса «SynchrotronLike».

Таблица 1.3. Параметры рентгеновских камер, включенных в детекторный блок.

	Timepix STPX-65k	Photonic Science 2k x 2k X-ray SCMOS	Rigaku XSight Micron LC CCD с объективом 2.5x	Rigaku XSight Micron LC CCD с объективом 10x
Тип матрицы	CMOS	SCMOS	CCD	
Количество пикселей	256 × 256	2048 × 2048	3290 × 2470	
Размер пикселя, мкм	55	6.5	2.2	0.55
Пространственное разрешение, мкм	150	20	4.5	1.5
Область видимости, мм ²	14 × 14	13 × 13	6.5 × 5.4	1.8 × 1.3
Максимальная частота кадров, кадров/сек	120	18	3	
Среднее время экспозиции на расстоянии 1 м от источника	50 мсек	300 мсек	1800 сек	6000 сек

1.5. Системы позиционирования оптических элементов

Рентгеновский источник MetalJet оснащен двумя каналами вывода излучения. Это позволяет использовать две системы позиционирования оптических элементов, ориентированные на разные экспериментальные методы. С левой стороны от источника находится Скамья для Тестирования Микрооптики (СТМ). Она была создана по образцу синхротронной станции ID06 ESRF и отличается высокой гибкостью настройки оптической схемы [45]. СТМ представляет собой 4 моторизованные башни, на каждую из которых размещается оптика, образцы и детекторы. Каждая башня состоит из моторизованных подвижек Standa и Сервотехника. Их можно комбинировать друг с другом, задавая необходимый набор степеней свободы для каждого элемента оптической схемы. Точность для каждого типа перемещений указана в таблице 1.4. Все башни установлены на гранитной плите длиной 3 м, обеспечивающей защиту от вибраций.

Таблица 1.4. Точность перемещения подвижек в составе СТМ.

Тип перемещения	Точность
Вертикальное перемещение	0.6 мкм
Горизонтальное перемещение	1 мкм
Вращение вокруг вертикальной оси	0.002°
Вращение вокруг горизонтальной оси	0.003°

Следует отметить, что используемый микрофокусный рентгеновский источник способен обеспечить высокую пространственную когерентность излучения в области образца, достаточную для наблюдения формируемого им фазового контраста или интерференционных эффектов, создаваемых оптическими элементами. Так как длина пространственной когерентности l_{tr} зависит от размера источника S и расстояния до образца z :

$$l_{tr} = \frac{\lambda z}{S}, \quad (1.5)$$

то сравнительно небольшая длина оптического стола компенсируется малым размером источника. Благодаря этому длина пространственной когерентности излучения на СТМ сравнима с длиной когерентности пучка на синхротронной станции с поворотным магнитом. В таблице 1.5 приведено сравнение длины пространственной когерентности l_{tr} на СТМ и некоторых синхротронных станциях.

Таблица 1.5. Сравнение параметров излучения, используемого на СТМ и некоторых синхротронных станциях.

Источник/ Станция	λ , Å	s , мкм	z , м	l_{ir} , мкм
СТМ <i>MetalJet</i>	1.34	10	1	13.4
	(9.25 кэВ)		3	40
РКФМ НИЦ КИСИ <i>Поворотный магнит</i>	0.41	100 (В)	15	6.2 (В)
	(30 кэВ)	1000 (Г)		0.62 (Г)
BM5 ESRF [45] <i>Поворотный магнит</i>	0.41	80 (В)	55	28 (В)
	(30 кэВ)	250 (Г)		9 (Г)
BM26B ESRF [46] <i>Поворотный магнит</i>	0.83 (15 кэВ)	100	49	40
ID15B ESRF <i>Ондулятор</i>	0.41	30 (В)	44	60
	(30 кэВ)	125 (Г)		14

Более наглядно влияние когерентности излучения на фазовый контраст можно продемонстрировать с помощью борного волокна [47,48]. Оно представляет собой вольфрамовую нить диаметром 15 мкм, покрытую слоем бора. В результате внешний диаметр волокна составляет 100 мкм. По его изображению, а именно по количеству интерференционных полос, подчеркивающих границу раздела сред между бором и воздухом, можно судить о степени пространственной когерентности излучения (Рис 1.10). На расстоянии 1 м от источника *MetalJet* фазовый контраст аналогичен наблюдаемому на синхротронной станции с поворотным магнитом. Однако если увеличить расстояние до 3 м, то количество интерференционных полос станет больше.

Второй системой позиционирования оптических элементов является Система Диагностики Монокристаллов (СДМ). Она расположена по правую сторону от источника *MetalJet* и состоит из гониометра *Crystal Logic* и трех подвижек *Standa* для позиционирования образца. Гониометр обеспечивает точность вращения образца и камеры, равную 0.0001° , а подвижки – микронную точность позиционирования образца в пространстве. СДМ, СТМ и источник *MetalJet* установлены на единой сварной конструкции, которая обеспечивает стабильность позиционирования всех систем друг относительно друга.

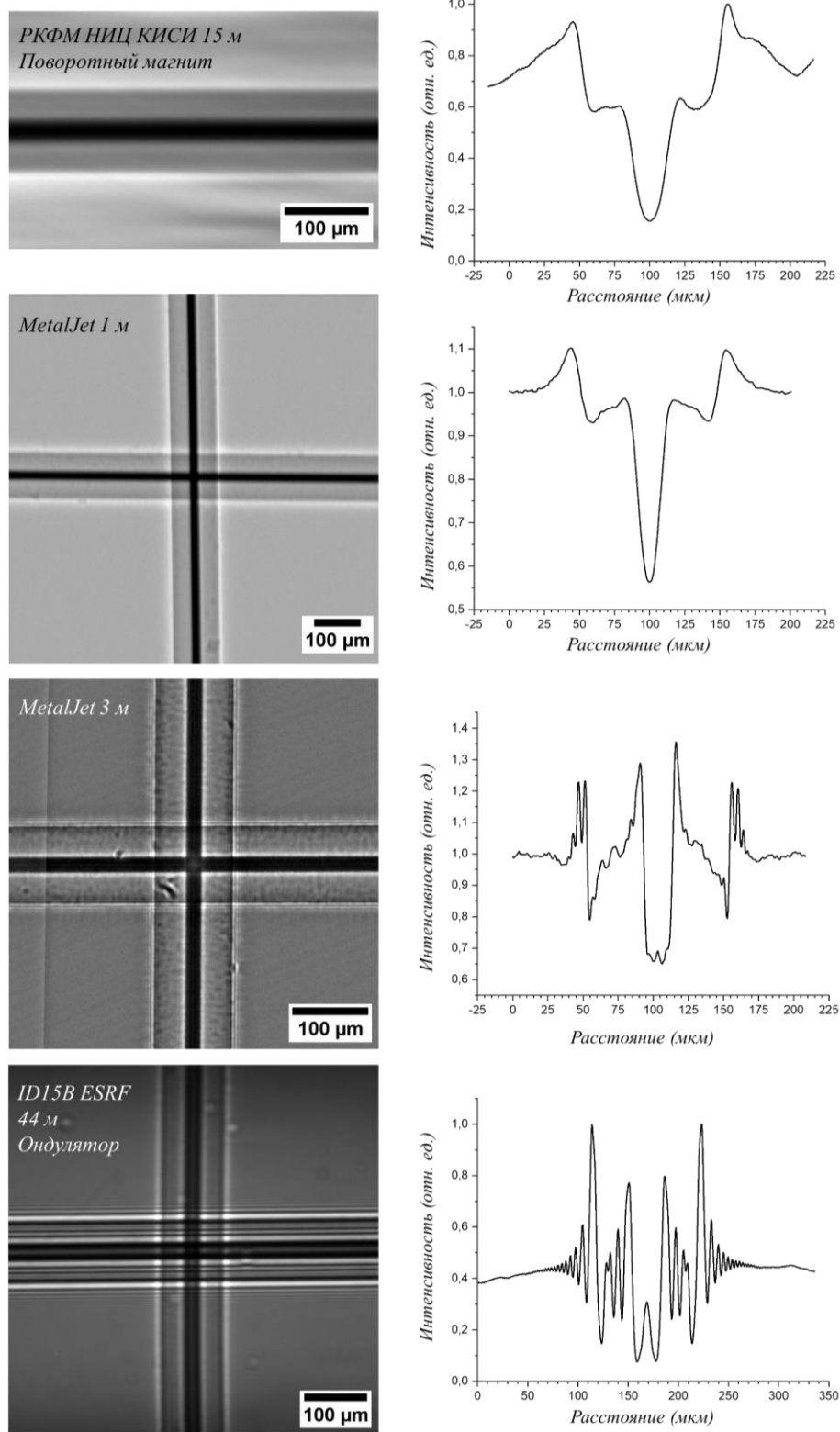


Рис. 1.10. Сравнение изображений борного волокна на станции РКФМ в НИЦ «Курчатовский институт» на расстоянии 15 м от поворотного магнита, на СТМ на расстояниях 1 м и 3 м от источника MetalJet, а также станции ID15B ESRF. Размер источника S для MetalJet равен $20 \times 20 \text{ мкм}^2$. Справа представлены распределения интенсивности по вертикали через горизонтально расположенное борное волокно.

Глава 2. Методики тестирования преломляющих рентгеновских линз и устройств на их основе

2.1. Теоретические основы преломляющей рентгеновской оптики

Работоспособность преломляющей рентгеновской оптики впервые была продемонстрирована экспериментально в 1996 году в Европейском Центре Синхротронного Излучения [5]. Отличительная особенность данной оптики от оптики видимого света заключается в том, что для фокусировки используется двояковогнутая форма, а не двояковыпуклая. Это объясняется тем, что показатель преломления у веществ для данного типа излучения меньше единицы и равен:

$$n(E) = 1 - \delta(E) + i\beta(E), \quad (2.1)$$

где $\delta(E)$ – декремент показателя преломления, $\beta(E)$ – показатель поглощения материала, зависящие от энергии рентгеновского излучения E . Поэтому, исходя из закона Снеллиуса, при прохождении границы раздела сред из вакуума в вещество рентгеновский луч отклоняется от перпендикуляра к границе, а не наоборот. Также следует отметить, что отличие показателя преломления $n(E)$ от единицы невелико и составляет всего $10^{-5} - 10^{-6}$. Декремент показателя преломления $\delta(E)$ и показатель поглощения $\beta(E)$ зависят от действительной и мнимой части атомного фактора рассеяния $f(E)$:

$$\delta(E) = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_1(E), \quad (2.2)$$

$$\beta(E) = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_2(E), \quad (2.3)$$

где $n_a = N_A \rho / M \text{ м}^{-3}$ – концентрация частиц, $f = f_1 + if_2$ – атомный фактор рассеяния, а $r_e = e^2 / mc^2 = 2.818 \times 10^{-15} \text{ м}$ – классический радиус электрона. Параметры f_1 и f_2 являются действительной и мнимой частью атомного фактора рассеяния f , поэтому они могут быть выражены друг через друга с помощью соотношения Крамерса–Кронига:

$$f_1(E) = Z - \frac{2}{\pi} \text{v.p.} \int_0^{\infty} \frac{E' f_2(E')}{E'^2 - E^2} d(E'), \quad (2.4)$$

$$f_2(E) = \frac{2E}{\pi} \text{v.p.} \int_0^{\infty} \frac{f_1(E') - Z}{E'^2 - E^2} d(E'), \quad (2.5)$$

где Z – атомный номер химического элемента. Пометка *v.p.* в данных выражениях означает получение только главной части интеграла по Коши. Зависимость f_1 и f_2 от атомного номера Z представлена на рисунке 2.1, где можно заметить, что с ростом Z возрастает как преломляющая способность материала, так и его поглощение. Это объясняется тем, что с увеличением Z возрастает и количество электронов, находящихся на энергетических уровнях атома, с которыми взаимодействуют рентгеновские фотоны. Значения δ и β , а также f для разных веществ являются справочными и могут быть найдены в некоторых базах данных [49–51], что значительно упрощает теоретические расчеты.

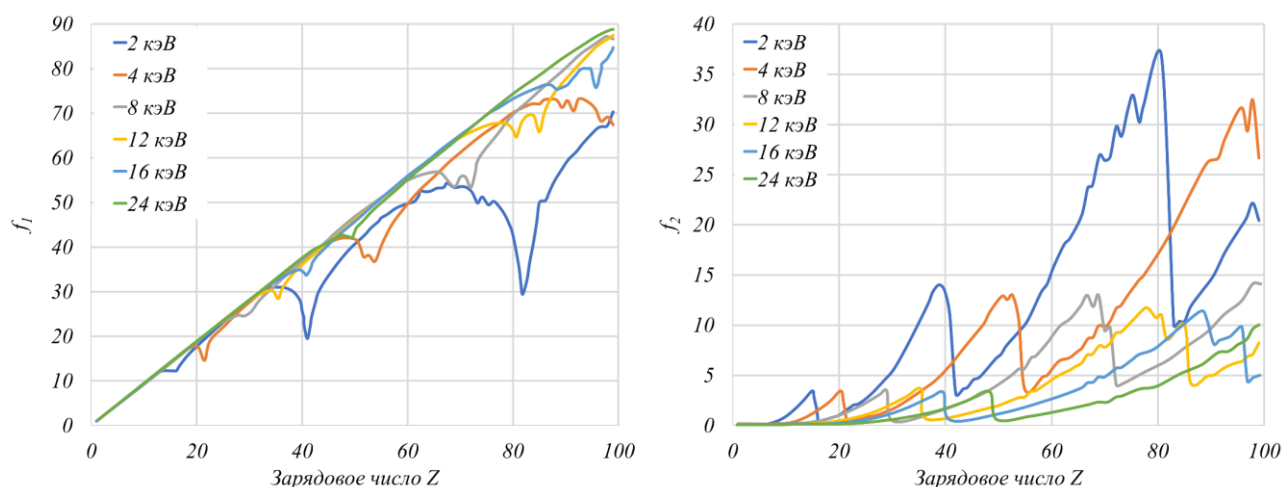


Рис. 2.1. Зависимость действительной и мнимой части атомного фактора рассеяния f от зарядового числа Z . Пики и провалы на графиках характеризуют края поглощения материалов, возникающие в результате фотоэффекта при определенных энергиях рентгеновского излучения.

Рассмотрим зависимость угла отклонения луча $\Delta\theta$ при прохождении границы раздела сред от угла падения θ_1 с помощью закона Снеллиуса:

$$n_1 \cos \theta_1 = n_2 \cos(\theta_1 - \Delta\theta). \quad (2.6)$$

Для вакуума показатель преломления n_1 равен 1, а для материала линзы n_2 составляет $1 - \delta$. Поскольку декремент показателя преломления δ мал, угол отклонения луча $\Delta\theta$ можно выразить как:

$$\Delta\theta \approx \frac{\delta}{\operatorname{tg} \theta_1}. \quad (2.7)$$

Из данной формулы можно сделать вывод, что наибольшее отклонение от своей первоначальной траектории луч приобретает при наименьших значениях θ_1 . У преломляющих линз области с наименьшим θ_1 находятся вблизи краев апертуры, а с наибольшим – в центре. Таким образом,

правильный подбор формы преломляющей поверхности позволяет фокусировать все проходящие через линзу лучи в одной точке. Из общего курса физики известно, что анаберрационной формой преломляющей поверхности линзы является эллиптическая [40,52]. Однако на практике для фокусировки рентгеновского излучения используется параболическая форма, которая является частным случаем эллиптической, где один из фокусов удален в бесконечность.

Фокусное расстояние F двояковогнутой преломляющей рентгеновской линзы равно:

$$F = \frac{R}{2\delta}, \quad (2.8)$$

где R – радиус кривизны вершины её параболического профиля. Для сокращения фокусного расстояния одиночные линзы собирают в линейный массив из N штук, расположенных друг за другом вдоль оптической оси. Фокусное расстояние такой составной преломляющей линзы (СПЛ) определяется следующим выражением:

$$F = \frac{R}{2N\delta}. \quad (2.9)$$

Линзы, фокусирующие излучение в фокальной плоскости только вдоль одного пространственного направления, называются одномерными. Они используются на синхротронных станциях, где источник излучения вытянут по горизонтали поперек оптической оси, для формирования осесимметричного фокального пятна. Две СПЛ, расположенные ортогонально друг за другом вдоль оптической оси, фокусируют рентгеновское излучение в вертикальном и горизонтальном направлениях. При этом положение линз вдоль пучка определяется таким образом, чтобы их фокальные плоскости были совмещены. Для передачи двумерного изображения источника излучения или объекта используются двумерные линзы, преломляющие поверхности которых представляют собой поверхность параболоида вращения (Рис. 2.2).

Минимальный поперечный размер фокального пятна, в которое СПЛ может сфокусировать рентгеновское излучение, определяется дифракционным пределом разрешения S_f :

$$S_f \approx \frac{\lambda}{2NA}, \quad (2.10)$$

где NA – числовая апертура СПЛ, характеризующая наибольший угол к оптической оси преломленных лучей, вносящих вклад в формирование фокального пятна. Для достижения наилучшего пространственного разрешения оптическая система должна обладать наибольшей

числовой апертурой NA . Для преломляющих рентгеновских линз числовая апертура определяется следующим выражением:

$$NA = \frac{A_{eff}}{2F}, \quad (2.11)$$

где A_{eff} – эффективная апертура СПЛ, определяемая поглощением излучения материалом линзы, которая характеризует размер её центральной части, обладающей наибольшим пропусканием рентгеновских фотонов (Рис. 2.3). На практике эффективная апертура должна быть сравнима или меньше физической апертуры линзы D для исключения нежелательных искажений волнового фронта пучка, возникающих из-за эффектов краевой дифракции. Для оценок удобно принять размер эффективной апертуры A_{eff} как полную ширину на полувысоте максимума (FWHM) распределения интенсивности прошедшего через линзы пучка:

$$A_{eff} = 2\sqrt{2 \ln 2} \sqrt{\frac{F\delta}{\mu}}, \quad (2.12)$$

где $\mu = 4\pi\beta / \lambda$ – коэффициент поглощения.

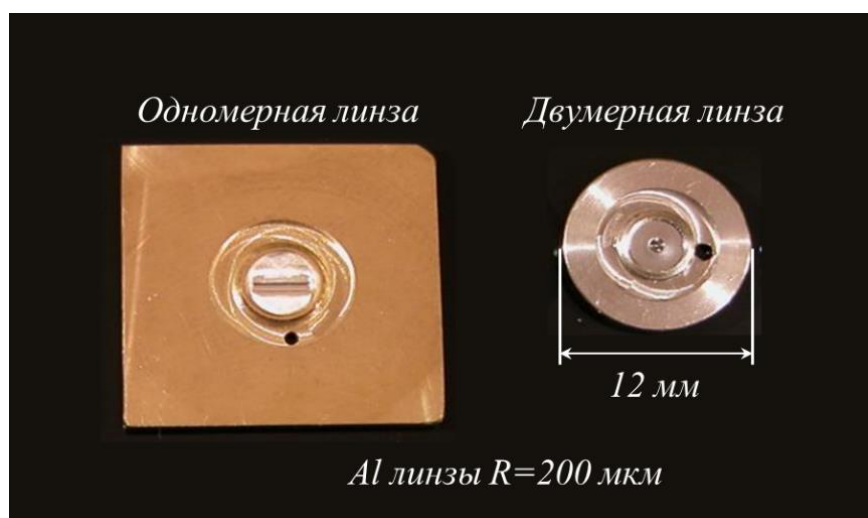


Рис. 2.2. Фотография одномерной (слева) и двумерной (справа) линз из алюминия с радиусом кривизны их преломляющих поверхностей 200 мкм.

В качестве примера следует отметить преломляющие рентгеновские линзы из алюминия и бериллия, которые уже не один десяток лет входят в оснащение практически любой синхротронной станции. Они широко используются для фокусировки излучения, а также для формирования и передачи изображения. Высокая популярность данного вида оптики связана с относительной простотой использования и отсутствием высоких требований к их настройке по сравнению с рентгеновскими зеркалами [53]. Минимальный радиус кривизны R , который может обеспечить технология прессования, с помощью которой изготавливаются линзы, составляет

несколько десятков микрометров. При этом минимальное фокусное расстояние СПЛ, состоящей из таких линз, ограничено её длиной и может достигать несколько десятков сантиметров.

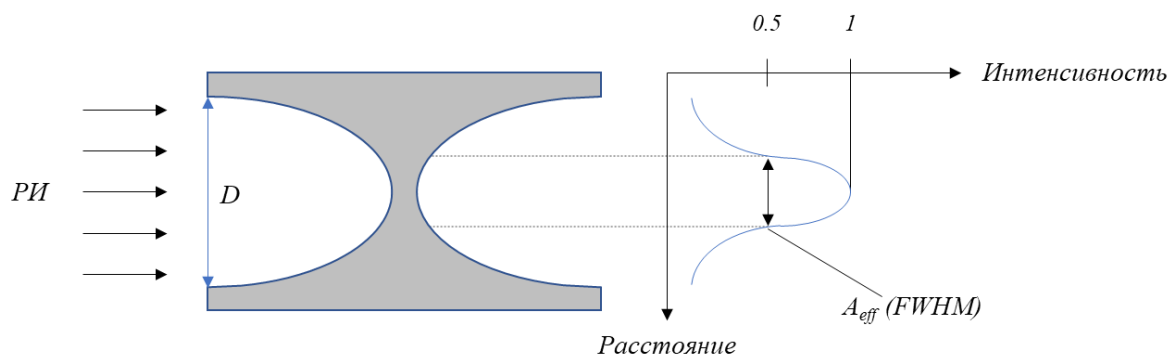


Рис. 2.3. Принципиальная схема определения эффективной апертуры линзы за счет поглощения излучения на краях физической апертуры D . В данной схеме A_{eff} определяется как полная ширина на уровне половины максимума (FWHM) распределения интенсивности в плоскости, находящейся непосредственно за линзой.

2.2. Тестирование эпоксидных микрокапиллярных линз с помощью рентгеновской камеры

Перспективным материалом для изготовления преломляющих линз являются полимеры. Из них можно производить двумерные линзы с фокусным расстоянием, в несколько раз меньшим, чем у классических бериллиевых и алюминиевых линз. Ярким примером полимерной оптики являются микрокапиллярные или «пузырьковые» линзы, представляющие собой стеклянный капилляр, заполненный эпоксидом, внутри которого сформирован набор воздушных полостей, «пузырьков» сферической формы [54]. Радиус кривизны таких линз совпадает с внутренним радиусом капилляра и может варьироваться от 10 до 400 мкм. Возможность создания линз с малым радиусом кривизны и соответствующей физической апертурой позволяет формировать более компактные СПЛ по сравнению с бериллиевыми и алюминиевыми наборами линз. Это, в свою очередь, позволяет размещать их в значительно большем количестве вдоль оптической оси для достижения меньшего фокусного расстояния.

Тестирование одной из микрокапиллярных СПЛ было произведено на базе комплекса «SynchrotronLike». В качестве тестируемого оптического элемента был использован набор из 184 двояковогнутых линз с радиусом кривизны 50 мкм, изготовленных из полимера с химической формулой $C_{100}H_{200}O_{20}N$ и плотностью 1.08 г/см^3 . Расчетное фокусное расстояние СПЛ F для энергии рентгеновского излучения 9.251 кэВ равно 46.5 мм, при этом эффективная апертура A_{eff} составляет не менее 70 мкм. Для экспериментальной проверки фокусного расстояния была

собрана оптическая схема, передающая изображение источника на камеру без увеличения (Рис. 2.4 (а)). Расстояния «источник-СПЛ» L_1 и «СПЛ-камера» L_2 рассчитывались согласно формуле тонкой линзы $1/L_1 + 1/L_2 = 1/F$, где F – теоретическое фокусное расстояние. Поскольку увеличение оптической схемы $M = L_2 / L_1$ равно единице, значения L_1 и L_2 составили 93 мм.

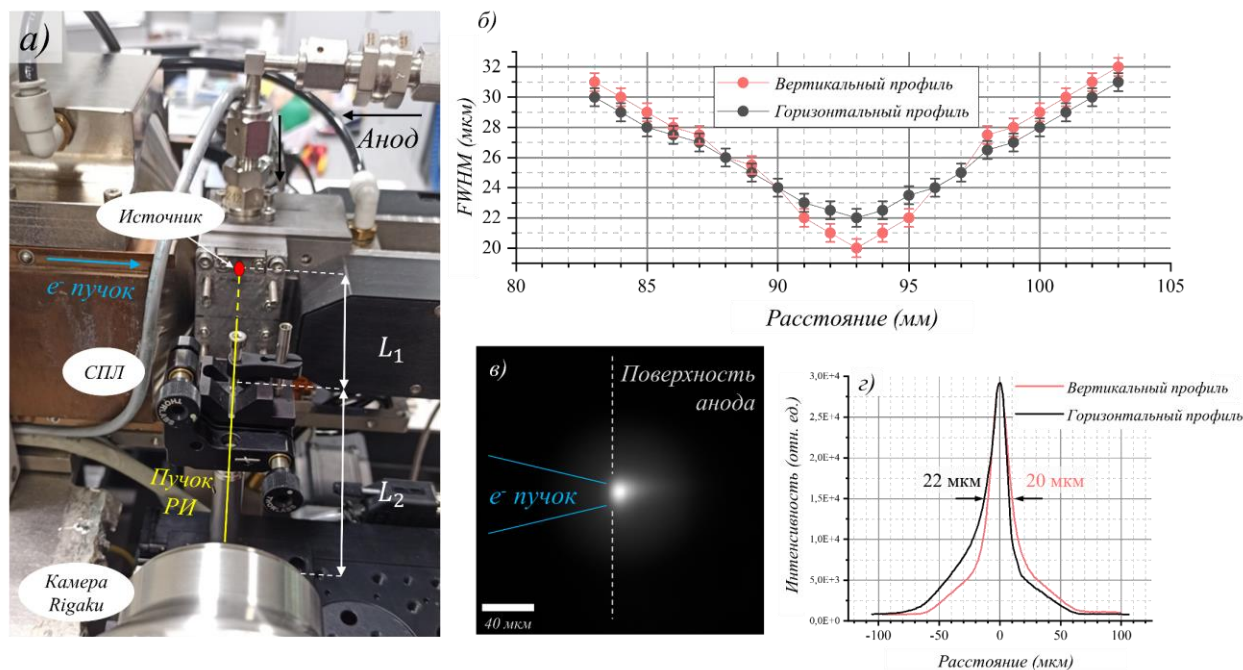


Рис. 2.4. (а) Оптическая схема эксперимента по фокусировке РИ микрокапиллярными линзами. (б) Зависимость вертикального и горизонтального размеров пучка (FWHM) от расстояния L_2 . (в) Изображение источника в положении фокуса. (г) Профили распределения интенсивности изображения источника в вертикальном и горизонтальном направлениях.

Параметры рентгеновской трубки были установлены таким образом, чтобы получить излучение максимальной интенсивности. Ускоряющее напряжение было равно 70 кВ, мощность – 200 Вт при размере источника S , равном 20×20 мкм². Для регистрации изображения фокального пятна была использована камера Rigaku с объективом 10х, обеспечивающим эффективный размер пикселя, равный 0.55 мкм, и пространственное разрешение 1.5 мкм. Камера была установлена на моторизованной башне с перемещением вдоль оптической оси. После юстировки СПЛ на камеру было записано 21 изображение на разных расстояниях L_2 в диапазоне от 83 мм до 103 мм с экспозицией, равной 5 мин. Наиболее резкое изображение фокального пятна было получено на расстоянии L_2 , равном 93 мм, что соответствует расчетному значению (Рис. 2.4 (б, в)). Размер фокусного пятна (FWHM) составил 20 мкм по вертикали и 22 мкм по горизонтали. Следует отметить, что распределение интенсивности в горизонтальной плоскости фокального пятна представляет собой несимметричную кривую (Рис. 2.4 (г)). Это связано с тем,

что анод имеет форму вертикально расположенного цилиндра, поэтому в плоскости изображения наблюдается проекция засвеченной электронным пучком области поверхности. Также вокруг фокального пятна можно наблюдать ореол круглой формы, возникающий из-за прохождения сквозь апертуру СПЛ тормозного излучения с энергией до 70 кэВ.

Для тестирования микрокапиллярной СПЛ в качестве объектива была собрана оптическая схема, представленная на рисунке 2.5. Для увеличения интенсивности регистрируемого на камеру излучения использовался конденсор, состоящий из 28 бериллиевых линз с радиусом кривизны 50 мкм. Фокусное расстояние конденсора $F_{\text{конд.}}$ было равно 0.23 м, а эффективная апертура $A_{\text{эф}}^{\text{конд.}}$ составляла около 280 мкм. В качестве тестового объекта была использована медная сетка с периодом 17 мкм, расположенная на расстоянии 0.33 м за конденсором. Объектив был расположен на расстоянии 55 мм за образцом, исходя из чего увеличенное в 5.5 раз изображение сетки формировалось на расстоянии 0.3 м за тестируемой СПЛ. Для регистрации изображения использовалась камера Rigaku с объективом 10х. Параметры рентгеновской трубки были установлены такими же, как и на предыдущем этапе тестирования. Для фильтрации тормозного излучения с энергией выше характеристического в оптическую схему было встроено кремниевое зеркало, которое было повернуто относительно оптической оси на угол $11'$ (0.183°). Под таким углом от поверхности зеркала отражалось излучение с энергией не более 10 кэВ (Рис. 2.6).

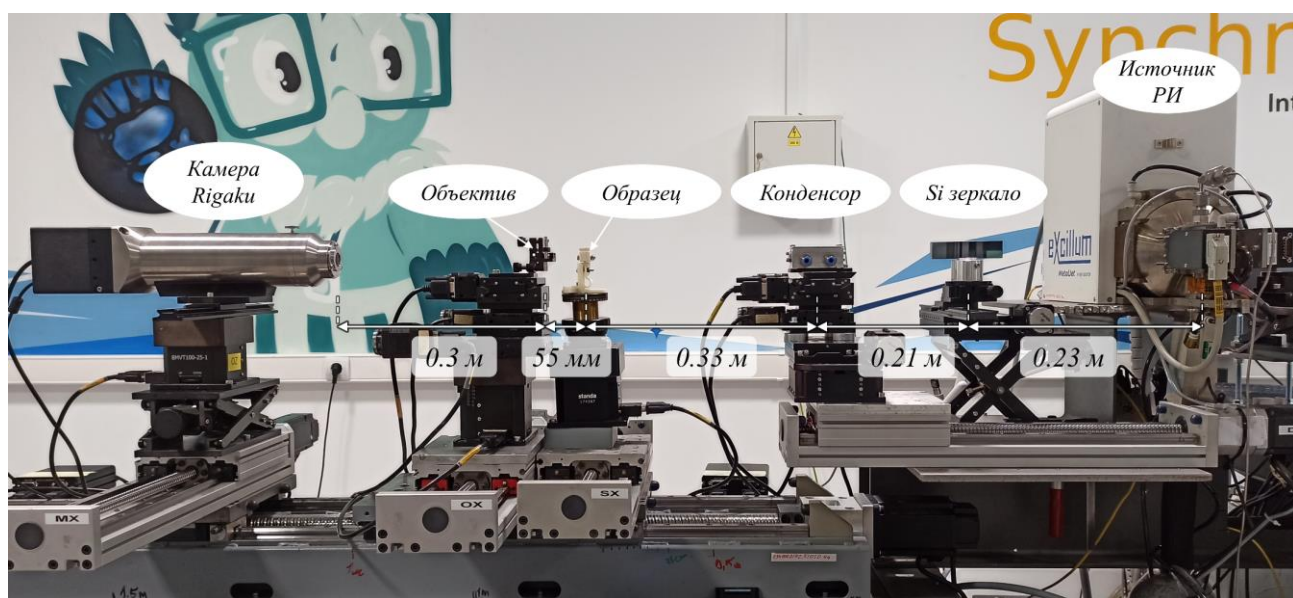


Рис. 2.5. Оптическая схема по тестированию микрокапиллярной СПЛ в качестве объектива.

В результате было получено изображение сетки (Рис. 2.7 (а)), исходя из которого можно сделать вывод, что тестируемая СПЛ может успешно использоваться в качестве объектива. Также следует отметить важность использования рентгеновской камеры с достаточно высоким пространственным разрешением и оптического элемента, монохроматизирующего излучение. На

рисунке 2.7 (б) представлено изображение той же сетки, но с выведенным из пучка кремниевым зеркалом и с использованием камеры Photonic Science, у которой пространственное разрешение составляет 18 мкм (размер пикселя – 6.5 мкм). В данной конфигурации оптической схемы очертания образца уже с трудом различимы из-за более низкого разрешения камеры и яркого пятна, возникшего в результате фокусировки тормозного излучения высокой энергии.

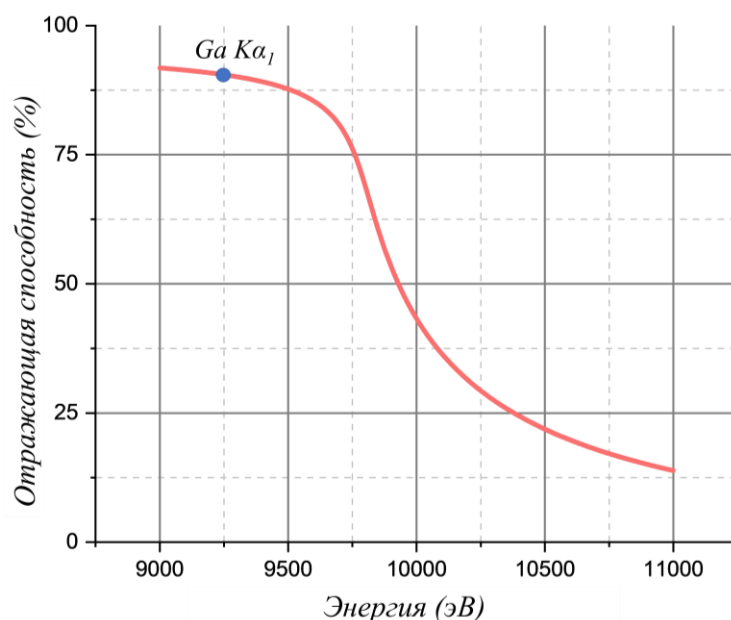


Рис. 2.6. График отражающей способности установленного в оптическую схему кремниевого зеркала под углом 11' относительно оптической оси.

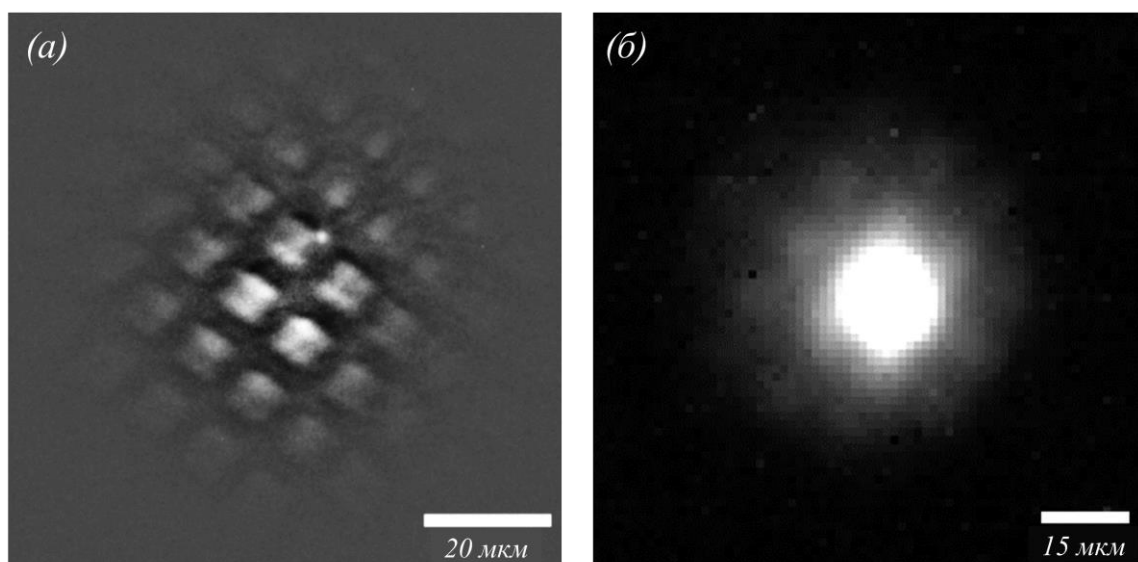


Рис. 2.7. Изображение медной сетки с периодом 17 мкм, полученное в результате эксперимента. (а) С использованием камеры Rigaku и кремниевого зеркала, (б) с использованием камеры Photonic Science и без кремниевого зеркала.

2.3. Тестирование полимерных микролинз, изготовленных с помощью двухфотонной лазерной литографии

2.3.1. Исследование фокусирующих свойств методом ножевого сканирования на базе лабораторного источника рентгеновского излучения

В предыдущем параграфе были рассмотрены двумерные эпоксидные сферические линзы, у которых короткое фокусное расстояние достигалось за счет использования большого количества двояковогнутых элементов N внутри СПЛ с ограниченным диаметром физической апертуры. В данном параграфе представлено тестирование двумерных короткофокусных линз с параболическим профилем, изготовленных методом двухфотонной лазерной литографии, суть которого заключается в полимеризации негативного резиста в области фокального пятна лазера, перемещающегося в пространстве. Данный метод позволяет создавать микроструктуры с точностью до 100 нм. С его помощью были изготовлены микролинзы с радиусом кривизны, равным 5 мкм (Рис. 2.8). В качестве резиста использовался коммерчески доступный полимер Отмосорр с химической формулой $C_{21}H_{36}O_8SiS$ и плотностью 1.2 г/см³.

Первые испытания параболических микролинз были произведены в БФУ им. И. Канта на базе комплекса «SynchrotronLike» (Рис. 2.9). [55,56], где, как и в случае с микрокапиллярными сферическими линзами, фокусное расстояние определялось экспериментальным путем. Однако вместо прямого изображения источника, регистрируемого на камеру, использовался метод ножевого сканирования [57]. Суть данного метода заключается в пошаговом перекрытии рентгеновского пучка непрозрачным объектом в любом из направлений, перпендикулярных оптической оси. Профиль пучка, формируемый при регистрации изменения интенсивности излучения, попадающего на детектор, при каждом шаге сканирования, позволяет определить как форму, так и размер фокусного пятна. При этом детектирующее устройство должно находиться за фокальной плоскостью, так как сканирующим элементом является непрозрачный объект или так называемый «нож». Следует отметить, что метод ножевого сканирования позволяет получить распределение интенсивности сфокусированного пучка с разрешением в несколько десятков нанометров.

Тестируемая СПЛ из 7 линз была расположена на расстоянии L_1 , равном 0.26 м от источника. Размер поперечного сечения рентгеновского пучка, прошедшего через СПЛ, был измерен на нескольких расстояниях L_2 от линз. Так как излучение, генерируемое лабораторным источником MetalJet, не является монохроматичным, для измерения интенсивности использовался энергодисперсионный детектор Amptek X-123SDD, настроенный на $GaK\alpha_1$ линию спектра. В качестве ножа использовалась вольфрамовая нить диаметром 15 мкм, с помощью

которой производилось перекрытие пучка с шагом 1 мкм в вертикальном направлении. Для коллимации пучка РИ, падающего на СПЛ и на детектор, использовались двухкоординатные щели размером $30 \times 30 \text{ мкм}^2$ и апертура диаметром 20 мкм. Юстировка всех оптических элементов друг относительно друга производилась с помощью камеры Photonic Science.

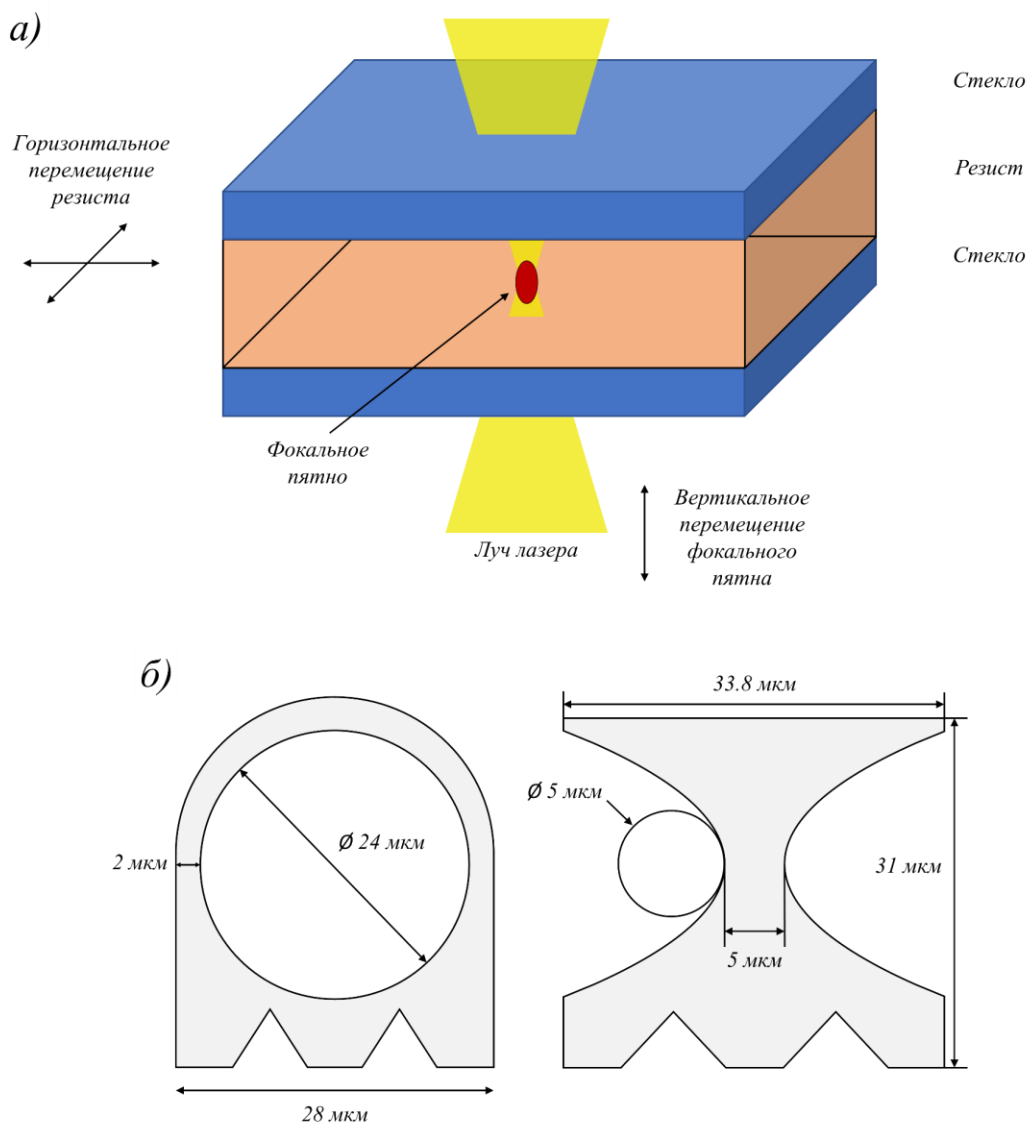


Рис. 2.8. (а) Принципиальная схема изготовления полимерных микролинз. (б) Геометрические параметры изготовленных микролинз.

В ходе эксперимента наименьший вертикальный размер сфокусированного рентгеновского пучка был найден на расстоянии L_2 , равном 0.16 м (Рис 2.10). Экспериментальное значение фокусного расстояния F исследуемой СПЛ было получено с использованием формулы тонкой линзы и составило 0.1 м, что соотносится с ожидаемым теоретическим значением, равным 0.11 м, рассчитанным согласно формуле (2.9). Вертикальный размер фокального пятна составил 5 ± 1

мкм, что соответствует увеличению $M = 0.61$ и размеру источника, установленного равным 10×10 мкм².

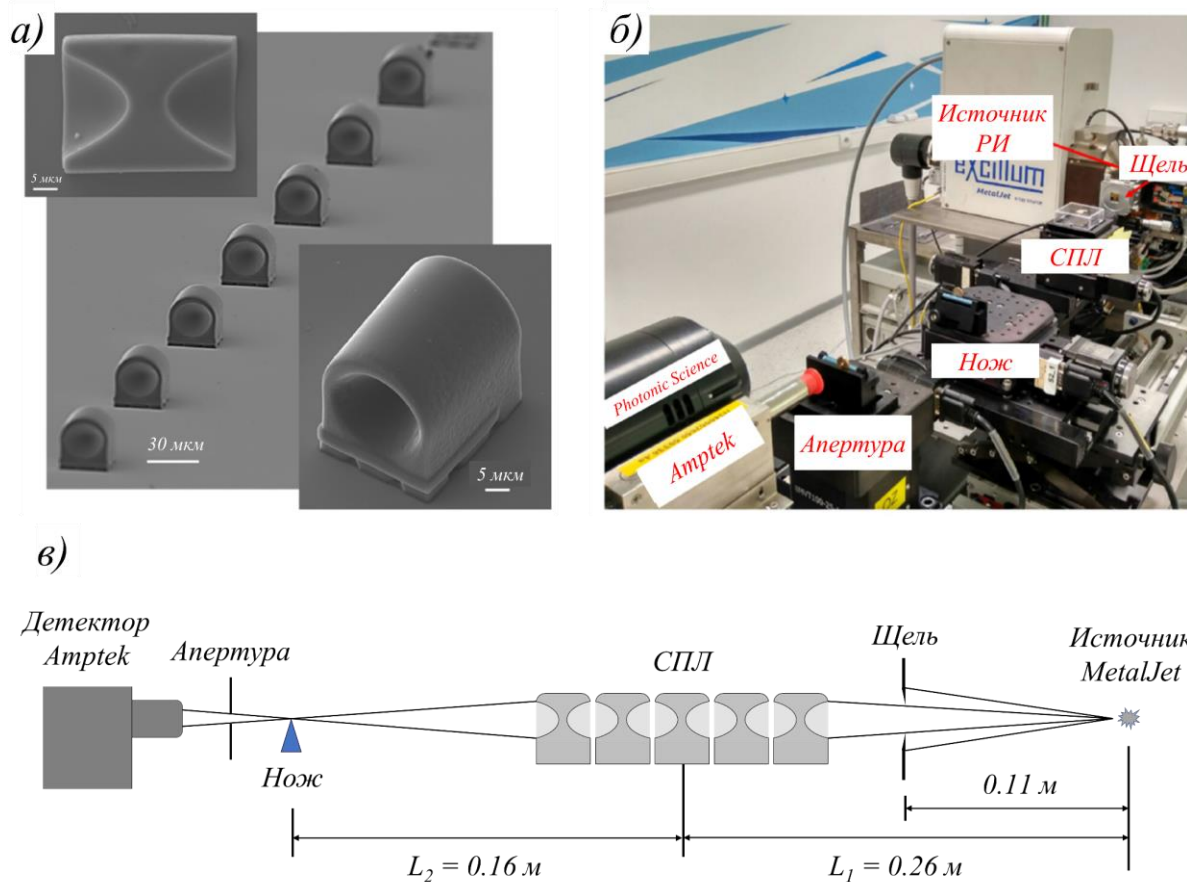


Рис. 2.9. Изображения полимерных микролинз в сканирующем электронном микроскопе (а) и оптическая схема эксперимента (б, в).

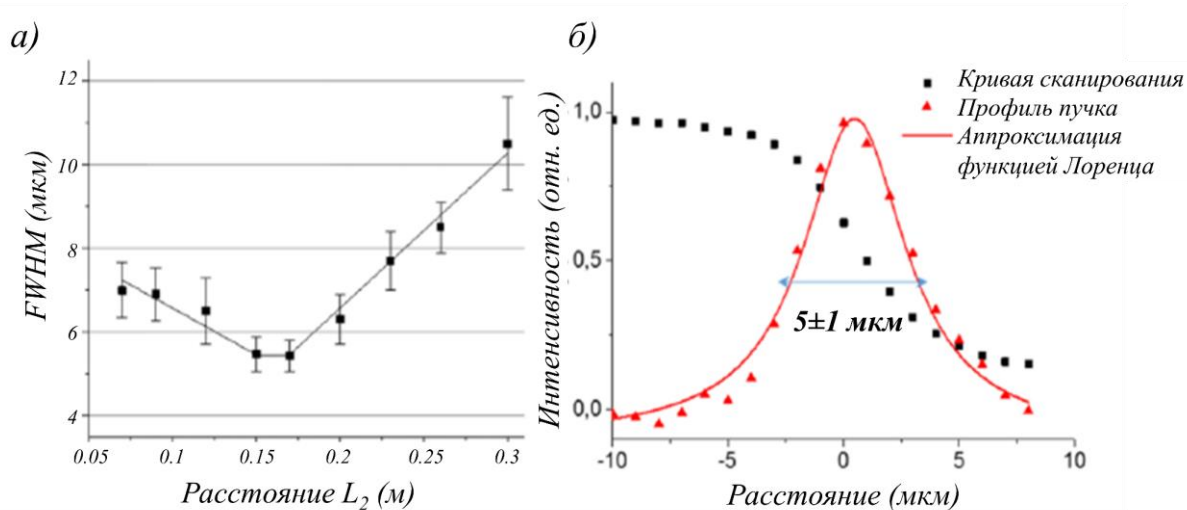


Рис. 2.10. (а) Зависимость вертикального размера поперечного сечения пучка (FWHM) от расстояния L_2 и (б) профиль распределения интенсивности в фокальном пятне.

2.3.2. Тестирование в качестве передающего изображение объектива на источнике синхротронного излучения

Дальнейшее исследование полимерных параболических микролинз было выполнено в Европейском Центре Синхротронного Излучения (ESRF) на станции ID13B. В ходе эксперимента была проведена проверка качества фокусировки, а также передачи двумерного изображения. Для этого был изготовлен новый набор линз (СПЛ₃₀) из 30 двояковогнутых преломляющих элементов с аналогичными геометрическими параметрами.

Вакуумный ондулятор станции ID13B до обновления ESRF до 4-го поколения формировал рентгеновский источник размером 30×125 мкм² (В×Г). Монохроматизация излучения производилась с помощью кремниевого прорезного монохроматора, расположенного на расстоянии 29.5 м от ондулятора и охлаждаемого жидким азотом. С его помощью была установлена энергия излучения, равная 12.7 кэВ ($\lambda = 0.976$ Å). Регистрация данных производилась на CCD-камеру PCO-2000, оснащенную системой 20-кратного оптического увеличения. Эффективный размер пикселя камеры составлял 0.37×0.37 мкм².

Для проверки качества фокусировки сборка из 30 преломляющих элементов (СПЛ₃₀) была расположена на расстоянии $L_1 = 96$ м от ондулятора (Рис. 2.11). Принимая во внимание величину L_1 и результаты предварительных экспериментов, проведенных в лаборатории, формирование фокального пятна ожидалось на расстоянии L_2 , равном 50 мм, соответствующем рассчитанному фокусному расстоянию F . Так как расстояние от источника до линз L_1 во много раз больше F , то размер фокального пятна в основном определяется дифракционным пределом S_f , который составляет около 150 нм.

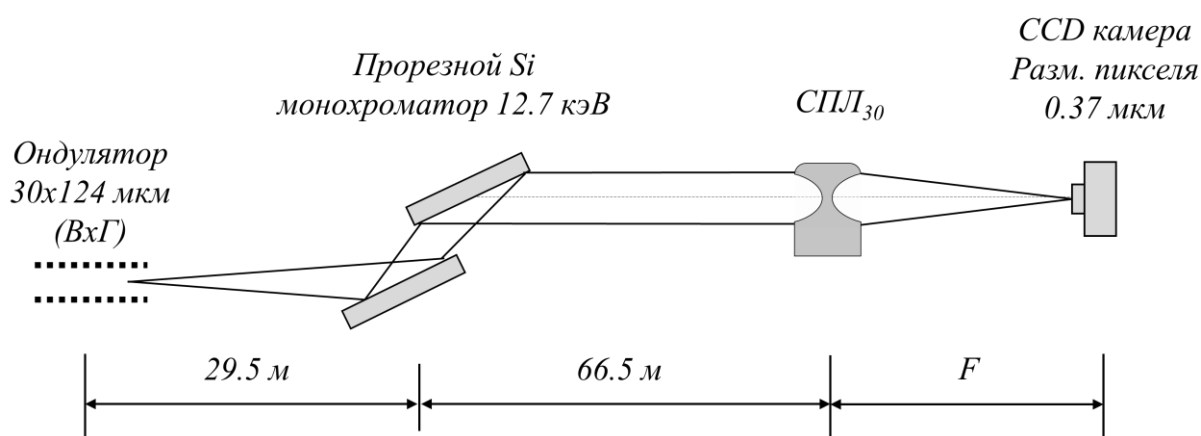


Рис. 2.11. Оптическая схема эксперимента по фокусировке рентгеновского излучения полимерными микролинзами (СПЛ₃₀).

Получив несколько изображений в окрестностях ожидаемого положения фокусировки, было выявлено, что линзы обладают астигматизмом (Рис. 2.12). Из-за этого при перемещении

камеры вдоль оптической оси было обнаружено два положения, где в первом случае фокальное пятно имеет минимальный размер по вертикали ($F_v = 37$ мм), а во втором – по горизонтали ($F_h = 45$ мм). Несоответствие фокусных расстояний в вертикальной и горизонтальной плоскостях связано с тем, что фокальное пятно лазера, экспонирующего резист, имело форму эллипсоида вращения, а не сферы. В связи с этим минимальный объем полимеризуемого вещества также имел форму эллипсоида, вытянутого в вертикальном направлении вдоль оптической оси лазера. Так как траектория движения луча лазера была рассчитана для сферической формы фокального пятна, то радиус кривизны параболического профиля линз в вертикальной плоскости оказался меньше, чем в горизонтальной. Поэтому фокусное расстояние линз в вертикальной плоскости F_v было несколько меньше, чем в горизонтальной F_h . Принимая во внимание значения этих двух параметров, согласно формуле (2.9), было определено, что радиус кривизны профиля линз в вертикальной плоскости R_v был равен 3.6 мкм, а в горизонтальной R_h – 4.4 мкм.

Следует отметить, что размер фокальных пятен во много раз превышает ожидаемое значение, равное дифракционному пределу S_f , а распределение интенсивности внутри них имеет определенную структуру. Это связано с недостаточно высоким пространственным разрешением рентгеновской камеры, которое составляет около 1 мкм, и тем, что линзы вносят сильные искажения в волновой фронт пучка. Положение, при котором линзы формируют осесимметричное пятно, было найдено на расстоянии $F = 41$ мм от СПЛ₃₀, ровно посередине между F_v и F_h . Данное расстояние было определено как фокусное и использовалось для проектирования следующей оптической схемы.

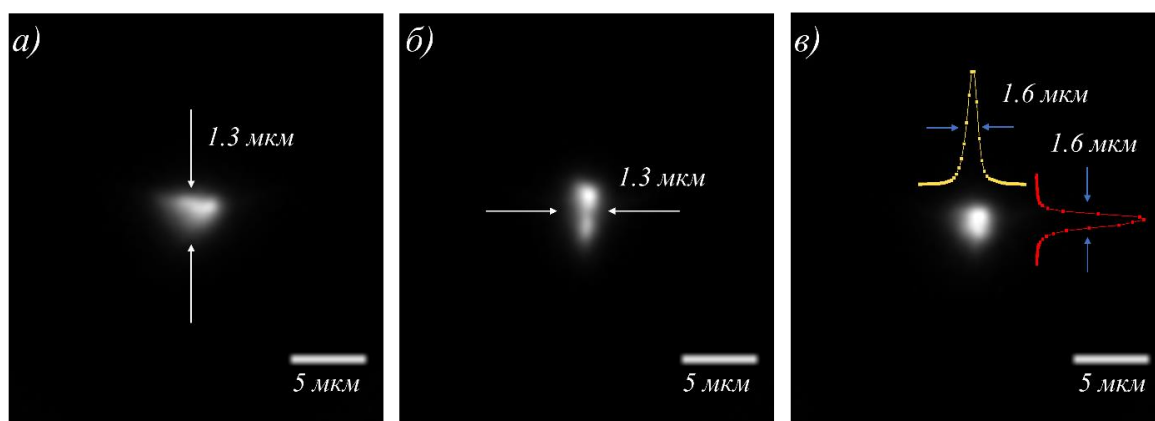


Рис. 2.12. Изображения фокальных пятен на расстоянии (а) $F_v = 37$ мм, (б) $F_h = 45$ мм и (в) $F = 41$ мм.

Для тестирования линз в качестве передающего изображение объектива использовалась микроструктура, называемая звездой Сименса (XRESO-50HC, NTT-AT, Япония). Она представляет собой набор полос, вытравленных на SiN-мембране и покрытых пленкой из тантала толщиной 500 нм. Микроструктура выполнена таким образом, что период полос постепенно

уменьшается от внешнего края к центру в диапазоне от 4 мкм до 50 нм. Таким образом, получив лишь её изображение, можно определить разрешающую способность всей оптической системы. Для того чтобы исключить влияние интерференционных эффектов, возникающих из-за высокой когерентности излучения, использовался подавитель спеклов (Speckle Suppressor) [58]. Кроме этого, на расстоянии 1 м перед монохроматором был установлен конденсор, состоящий из трех бериллиевых линз с радиусами кривизны 200 мкм для дополнительного увеличения интенсивности приходящего на образец излучения.

В результате было получено изображение, где отчетливо видна область с периодом полос в диапазоне от 100 нм до 200 нм. Это указывает на то, что разрешающая способность всей оптической системы составляет около 150 нм (Рис. 2.13). Наиболее четкое изображение было получено на расстояниях $L_1 = 43$ мм и $L_2 = 885$ мм, то есть общая длина микроскопа составляла 928 мм. Для сравнения: рентгеновский высокоразрешающий микроскоп на основе линз из бериллия с аналогичным пространственным разрешением может иметь длину порядка 50 м [59], что в 50 раз больше микроскопа, собранного в данном эксперименте.

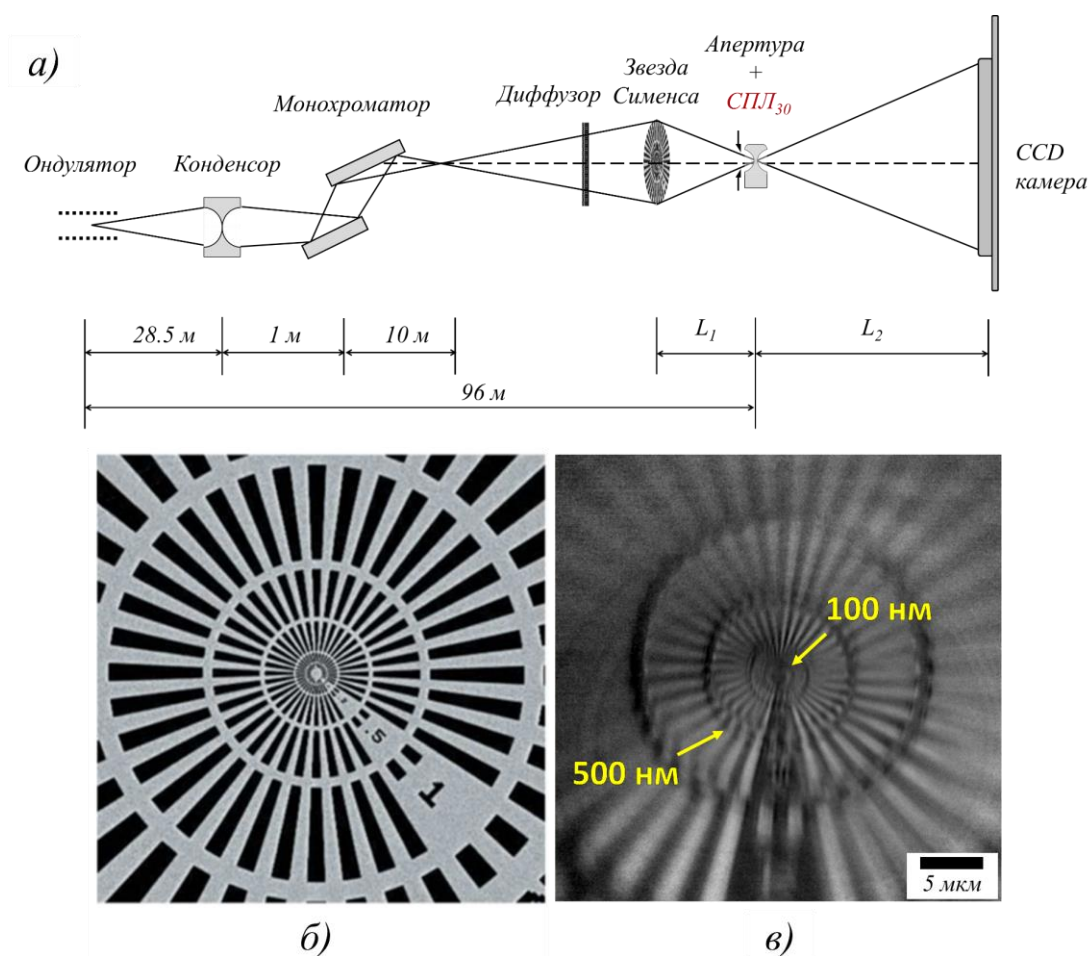


Рис. 2.13. Схема эксперимента по просвечивающей рентгеновской микроскопии на основе тестируемых полимерных микролинз (сверху). Изображение Звезды Сименса в сканирующем электронном микроскопе (а) и её изображение в собранном рентгеновском микроскопе (б).

Помимо тестирования линз в качестве объектива также была изучена их радиационная стабильность. После экспонирования данного набора из 30 линз в течение 5.5 часов их размеры уменьшились на 17% (Рис. 2.14), что аналогичным образом сказалось и на фокусном расстоянии. Поглощенная средняя доза составила 15×10^6 Гр. Далее был произведен повтор вышеописанного эксперимента по микроскопии, где было установлено, что линзы не потеряли свою способность к передаче изображения и способны работать без замены в течение одной экспериментальной сессии.

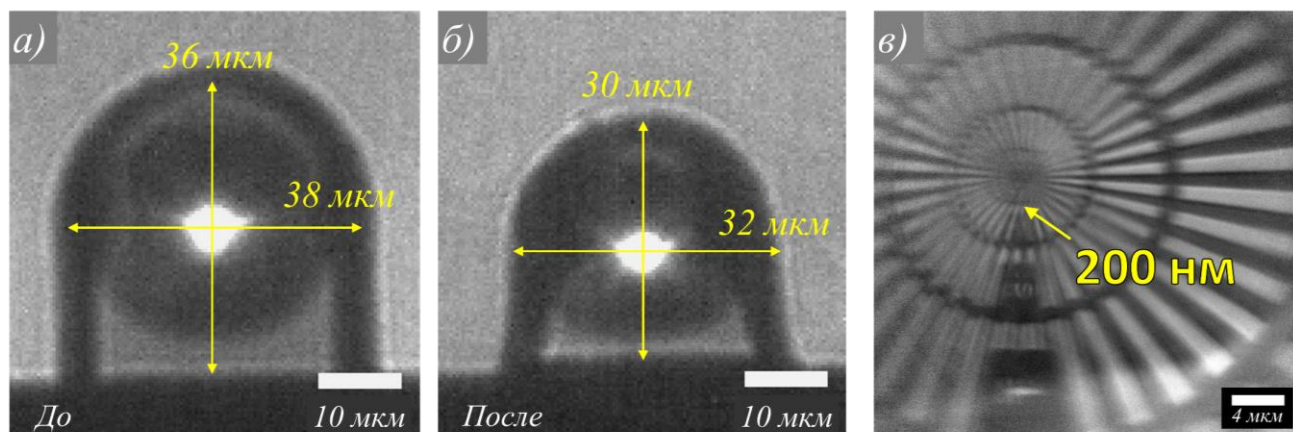


Рис. 2.14. Проекционное изображение линз на камеру до экспонирования (а) и после (б).
 (в) Изображение Звезды Сименса, сформированное линзами после их экспонирования.

2.4. Тестирование компактного рентгеновского трансфокатора

Выполнение экспериментов с использованием СПЛ нередко требует изменения количества линз в пучке. Необходимость в этом возникает в случаях перестройки монохроматора на другую энергию излучения с сохранением положения фокального пятна в определенной точке пространства. На синхротронных источниках активно используются рентгеновские трансфокаторы, позволяющие дистанционно изменять количество линз в пучке и, как следствие, его размер и расходимость [60,61]. Простота и удобство использования таких устройств привели к их широкому распространению [62], пересмотру концепции синхротронных станций [63] и их применению в различных экспериментальных методах, включая высокоразрешающую просвечивающую рентгеновскую микроскопию [64] и рентгеновское рассеяние с высоким временным разрешением [65].

Одним из основных элементов трансфокаторов, используемых сегодня на синхротронах, является набор картриджей, содержащих разное количество линз. Комбинации линз могут отличаться от станции к станции, однако наиболее распространенной является бинарная система,

где количество линз в картриджах соответствует степени цифры два (1, 2, 4, 8, 16...). Картриджи соединяются с линейными пневмоприводами, обеспечивающими ввод линз в пучок и их вывод. Использование такой системы сказывается на их габаритах и массе трансфокаторов, что ограничивает возможности данных устройств в приложениях, требующих компактной оптики, обладающей небольшим фокусным расстоянием, например, в рентгеновской микроскопии.

В БФУ им. И. Канта была изготовлена компактная переносная версия рентгеновского трансфокатора [66] (Рис. 2.15 (б)). Главная отличительная особенность данного устройства заключается в том, что линзы в нем перемещаются по одной независимо друг от друга. Это позволяет исключить возникновение зазоров между ними. Трансфокатор оснащен 50 ламелями для линз толщиной 1 мм (Рис. 2.15 (в)). Они разделены между собой вставками толщиной 0.4 мм, позволяющими избегать трения ламелей друг о друга в процессе работы.

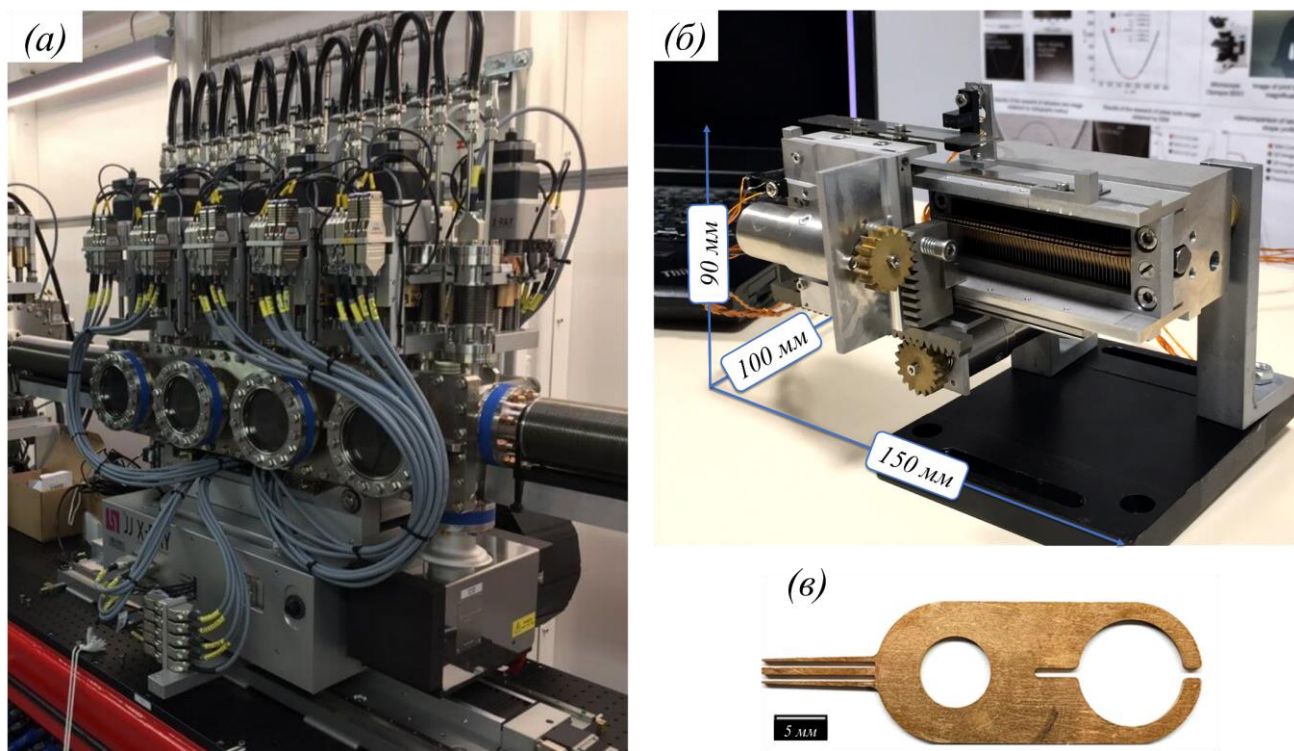


Рис. 2.15. (а) Фотография вакуумного трансфокатора от компании JJ X-RAY с водяным охлаждением, установленного на Европейском рентгеновском лазере на свободных электронах (EuXFEL) [67]. (б) Фотография компактной модели трансфокатора, изготовленного в БФУ им.

И. Канта, и ламели, в которую помещается преломляющая линза (в).

Размеры компактного трансфокатора невелики, его длина, ширина и высота составляют всего 150 мм, 100 мм и 90 мм соответственно. Материалы, из которых он изготовлен, совместимы с вакуумом, а вес составляет всего 2 кг. Испытания, заключавшиеся в проверке механических свойств трансфокатора, а именно точности и повторяемости позиционирования линз, были выполнены на базе комплекса «SynchrotronLike». Во время экспериментов в устройство были

помещены 20 двояковогнутых параболических линз, изготовленных также в БФУ им. И. Канта из поликристаллического алюминия методом прессования. Радиус кривизны линз R был равен 50 мкм, а диаметр физической апертуры – 500 мкм. Линзы были разделены на 4 набора по 5 линз и распределены по всей длине трансфокатора с промежутками в 10 свободных ламелей (Рис. 2.16). Таким образом, геометрический центр СПЛ из 20 линз (СПЛ₂₀) совпадал с центром устройства. Трансфокатор был установлен на моторизованной башне на расстоянии $L_1 = 2$ м от источника и $L_2 = 0.135$ м от камеры Amsterdam Scientific, у которой размер пикселя равен 55 мкм. Целью эксперимента было определить точность позиционирования ламелей при введении различных наборов линз в пучок, а также величину отклонения оптической оси от её первоначального положения. Величина отклонения определялась с помощью поворотных подвижек по максимуму интенсивности пучка, регистрируемого на камеру.

Во время эксперимента все 20 линз многократно вводились в пучок и выводились обратно. В результате было выявлено, что оптическая ось отклоняется не более чем на $0.01^\circ \pm 0.005^\circ$, что соответствует минимальному шагу поворотного механизма башни, ограничивающему точность измерений. Поскольку геометрический центр СПЛ₂₀ находился на расстоянии 34.8 мм от крайних линз, при отклонении оптической оси на угол 0.01° крайние линзы смещались на величину около 6 мкм. Это связано с деформацией латунных ламелей при их многократном механическом контакте с опорной плоскостью трансфокатора. В связи с этим они были заменены на ламели из сплава меди и бериллия, которые обладают большей твердостью, релаксационной стойкостью и устойчивостью к коррозии.

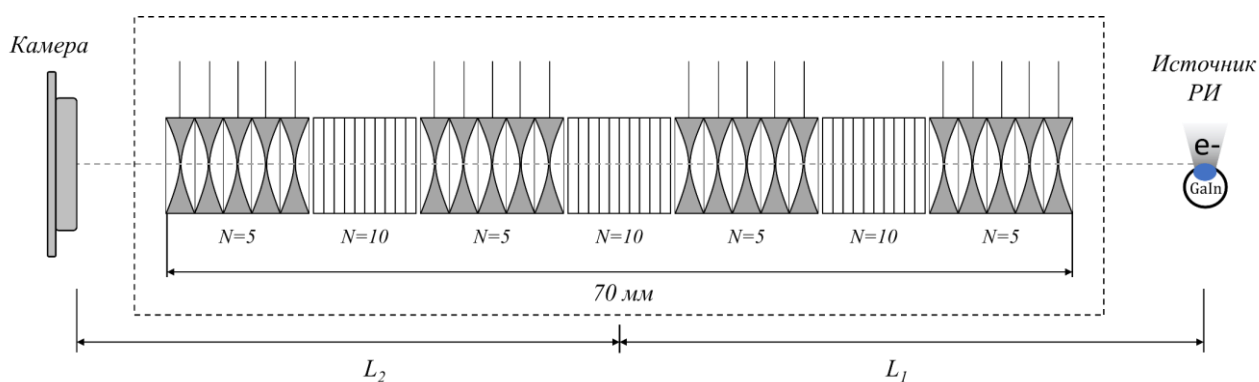


Рис. 2.16. Оптическая схема эксперимента и схема расположения линз в трансфокаторе.

После этого эксперимент был повторен на станции Р14 синхротрона PETRA-III с большей точностью измерений. В результате было выявлено, что при многократном вводе/выводе линз положение фокального пятна изменялось не более чем на 1.2 мкм поперек оптической оси, что удовлетворяет необходимым требованиям по микрофокусировке [68]. На данный момент одна из моделей компактных трансфокаторов установлена на данной станции и используется в

экспериментах по исследованию биологических кристаллов с высоким временным и пространственным разрешением [14].

2.5. Заключение к главе 2

В данной главе были продемонстрированы методики лабораторного тестирования преломляющей рентгеновской оптики. С их помощью было проведено исследование оптических свойств сферических эпоксидных и параболических полимерных линз, а также компактного рентгеновского трансфокатора.

Разработанные методики использовались для экспериментального определения фокусного расстояния двух СПЛ. Первая состояла из 184 микрокапиллярных сферических линз с радиусом кривизны 50 мкм, а вторая – из 7 параболических микролинз с радиусом кривизны, равным 5 мкм. В результате для характеристического излучения лабораторного источника ($E = 9.251$ кэВ) фокусное расстояние сферической СПЛ составило 46.5 мм ввиду большого количества преломляющих элементов, размещенных вдоль оптической оси. В то же время параболическая СПЛ, состоящая всего из 7 микролинз, имела сравнимое фокусное расстояние, равное 100 мм, что связано с малым радиусом кривизны.

Следующий этап тестирования заключался в проверке способности линз к формированию и передаче изображения. Сферическая СПЛ исследовалась на базе комплекса «SynchrotronLike» с помощью медной сетки с периодом 17 мкм, установленной в оптическую схему в качестве образца. Изображение сетки было получено практически без искажений, что позволяет использовать данные линзы в качестве объектива. Дополнительно было показано влияние монохроматичности излучения и разрешающей способности рентгеновской камеры на качество изображения. Набор параболических микролинз был протестирован в качестве объектива в Европейском Центре Синхротронного Излучения (ESRF) на станции ID13B. Проектирование оптической схемы производилось с учетом фокусного расстояния, определенного в лабораторных испытаниях. Это позволило значительно сократить время синхротронного эксперимента и подготовить новую СПЛ из 30 микролинз с радиусом кривизны 5 мкм для синхротронных испытаний. На базе новой СПЛ удалось создать компактный рентгеновский микроскоп длиной (образец – камера) менее 1 м с пространственным разрешением около 100 нм, определенным по изображению тестовой структуры.

В ходе эксперимента у параболической СПЛ был выявлен астигматизм, связанный с неодинаковым радиусом кривизны линз в горизонтальной и вертикальной плоскостях, что говорит о необходимости коррекции технологии изготовления. Дополнительно микролинзы были испытаны на радиационную устойчивость. С этой целью СПЛ экспонировалась в пучке в

течение 5.5 ч, из-за чего размер линз 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.

Дополнительно на базе лабораторного комплекса было проведено тестирование компактной переносной модели рентгеновского трансфокатора, изготовленного в БФУ им. И. Канта. При этом была разработана оптическая схема, позволяющая проверять повторяемость и точность позиционирования линз в пучке в процессе их многократного ввода/вывода. В ходе тестирования отклонение оптической оси не превысило $0.01^\circ \pm 0.005^\circ$, 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.

Глава 3. Реализация синхротронных экспериментальных методов в лабораторных условиях

3.1. Метод малоугловой рентгеновской дифракции

Метод малоугловой рентгеновской дифракции активно используется на синхротронных источниках для исследования мезоскопических структур [69,70] и коллоидных кристаллов [71]. Данный метод основан на оптическом Фурье-преобразовании, где в качестве дифракционной решетки используется образец, а вместо Фурье-преобразователя – фокусирующая оптика: будь то преломляющие рентгеновские линзы или зеркала [46].

Для реализации данного метода на базе лабораторного комплекса «SynchrotronLike» были выбраны преломляющие рентгеновские линзы ввиду простоты их использования, обусловленной сохранением траектории распространения рентгеновского пучка. Оптическая схема должна быть собрана таким образом, чтобы сфокусировать излучение от источника на камеру согласно формуле тонкой линзы. Образец при этом располагается между набором линз и их задней фокальной плоскостью. Регистрируемая на камеру дифракционная картина представляет собой набор максимумов, располагающихся друг от друга на расстоянии x , равном:

$$x = \frac{\lambda L}{d}, \quad (3.1)$$

где λ – длина волны излучения, L – расстояние между образцом и камерой, d – период структуры.

При выполнении экспериментов по малоугловой рентгеновской дифракции на лабораторном источнике необходимо учитывать его отличительные особенности, ограничивающие возможности рассматриваемого метода. Синхротроны по сравнению с рентгеновскими трубками обладают на несколько порядков большей яркостью $10^{20} - 10^{25}$ фотонов/сек/мм²/мрад²/(0.1% $\Delta\lambda/\lambda$). Это означает, что при одинаковой относительной спектральной ширине энергии излучения $\Delta\lambda/\lambda$ и размере источника S синхротрон генерирует на несколько порядков больше фотонов в секунду, чем рентгеновская трубка. Из-за этого данный метод при его реализации в лаборатории не будет обладать столь высоким временным разрешением, так как для регистрации изображений будет требоваться много времени: от нескольких минут до нескольких часов.

Следующим параметром является монохроматичность излучения. Наличие тормозного излучения с энергией выше характеристического приводит к ухудшению видности дифракционных максимумов ввиду того, что волны с высокой энергией проходят через линзы,

практически не преломляясь, и накладываются на регистрируемую картину дифракции. Параметр видности оценивается как отношение разности к сумме максимального и соседнего минимального значений интенсивности: $V = (I_{max} - I_{min}) / (I_{max} + I_{min})$.

Для того чтобы дифракционная картина была разрешима на камере, должно выполняться два условия. Во-первых, расстояние между максимумами x должно быть больше, чем пространственное разрешение камеры σ_d . Во-вторых, угловой размер источника $\delta_s = S/L_1$ должен быть меньше, чем угол дифракции $2\theta = \lambda/d$. Поскольку параметр δ_s влияет на ширину дифракционных максимумов, при малых углах дифракции их размер будет больше расстояния x между ними, и они будут сливаться в единое пятно, не поддающееся дальнейшему анализу. На синхротронных станциях угловой размер источника δ_s , как правило, на порядок меньше, чем у рентгеновских трубок. Это связано с тем, что расстояние между ондулятором и экспериментальной кабиной исчисляется десятками метров, в то время как оптическая схема, собранная в лаборатории, не превышает 1–3 м. Такие жесткие ограничения в длине оптической схемы связаны с сильной расходимостью пучка, из-за которой интенсивность, обратно пропорциональная квадрату расстояния, падает на несколько порядков при удалении более чем на 1 м от источника (Рис. 3.1).

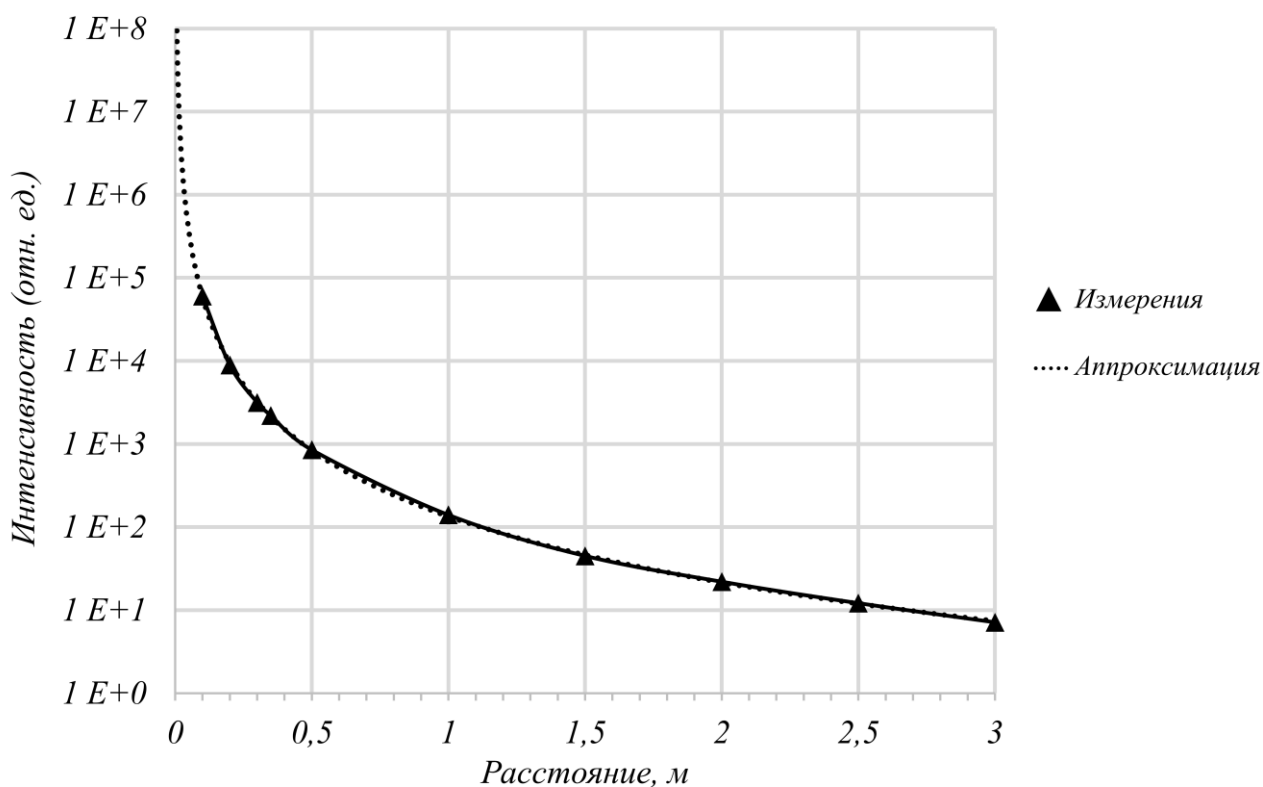


Рис. 3.1. График зависимости интенсивности излучения источника MetalJet от расстояния.

Геометрия на просвет.

Для проверки возможности реализации данного метода использовалась Скамья для Тестирования Микрооптики комплекса «SynchrotronLike». Фокусировка излучения производилась с помощью СПЛ, состоящей из 10 бериллиевых линз с радиусом кривизны $R = 50$ мкм и обладающей фокусным расстоянием $F = 0.63$ м (Рис. 3.2). Расстояния L_1 и L_2 , удовлетворяющие формуле тонкой линзы, были равны 1.5 м и 1.08 м соответственно. Размер источника S был установлен равным 12×12 мкм². В качестве образца использовалась кремниевая сетка с гексагональной симметрией и периодом d , равным 4.2 мкм (Рис. 3.3 (а)). При таких значениях L_1 и S угловой размер источника δ_s равен 8 мкрад, что в 4 раза меньше, чем угол дифракции $2\theta = \lambda/d = 32$ мкрад. Для фильтрации тормозного излучения с энергией выше характеристического использовалось кремниевое зеркало, установленное под углом полного внешнего отражения (ПВО) $\theta_{mirror} \approx 11^\circ$.

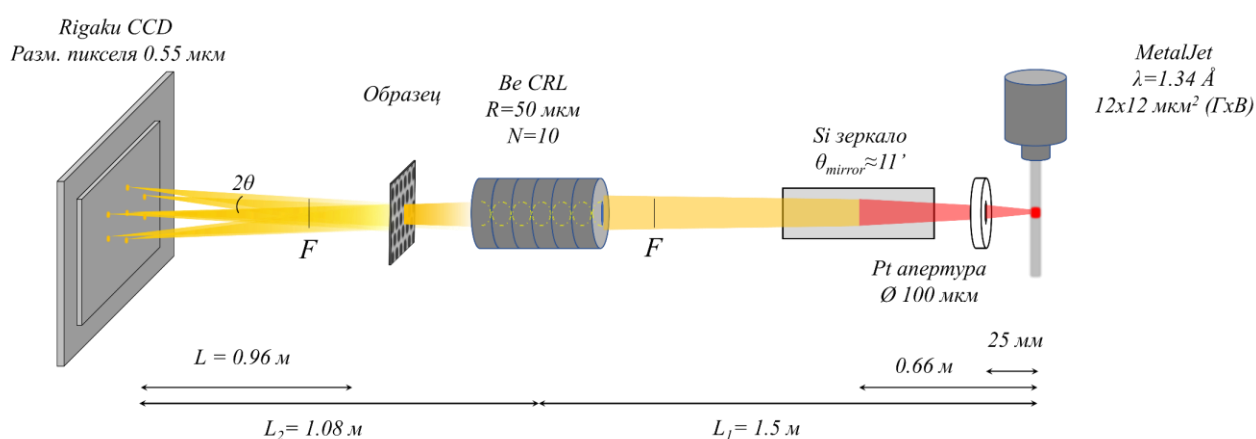


Рис. 3.2. Оптическая схема метода малоугловой дифракции на базе лабораторного комплекса «SynchrotronLike».

Юстировка оптической схемы производилась с помощью камеры Photonic Science, обладающей высокой чувствительностью и большой областью видимости. При более точной настройке использовалась камера Rigaku с объективом 2.5x. Для записи Фурье-изображений образца данный объектив был заменен на другой с увеличением 10x. В такой конфигурации камера Rigaku обладает размером пикселя 0.55 мкм и пространственным разрешением σ_d , равным 1.5 мкм.

На полученном изображении отчетливо видно несколько порядков дифракции (Рис. 3.3 (б, в)). Расстояние между максимумами составляет 30 мкм, а их размер около 9 мкм, что

соответствует параметрам оптической схемы, углу дифракции 2θ и угловому размеру источника δ_s . Ввиду малой интенсивности излучения время экспозиции составило 18 часов.

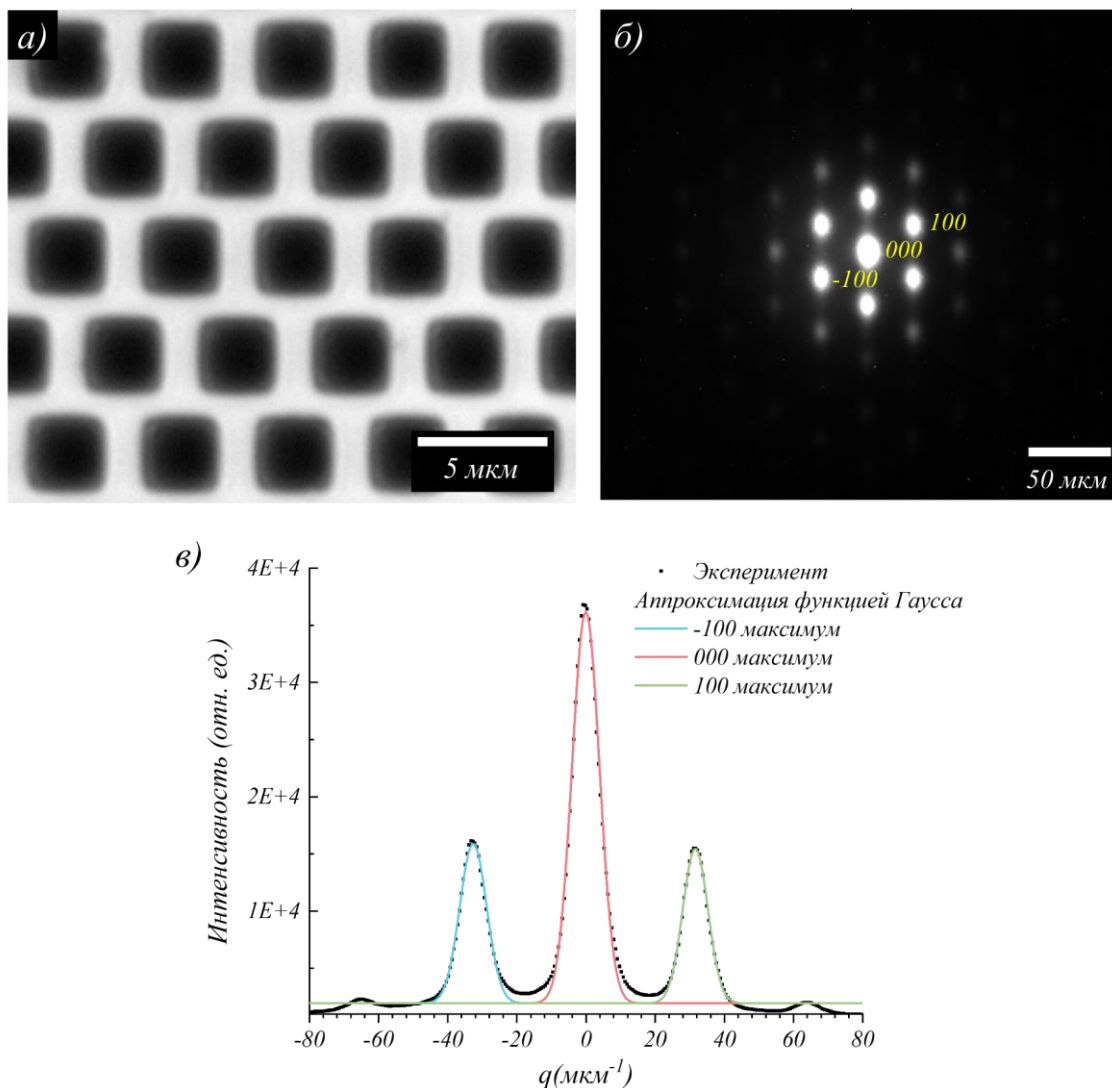


Рис. 3.3. (а) Изображение кремниевой сетки в оптическом микроскопе (увеличение 100х).

(б) Фурье-изображение на камере Rigaku с объективом 10х. Время экспозиции 18ч.

(в) Распределение интенсивности вдоль -100, 000 и 100 максимумов.

Влияние монохроматичности излучения на видность дифракционных максимумов может быть продемонстрировано путем извлечения кремнивого зеркала из оптической схемы. На рисунке 3.4 приведено сравнение картин дифракции с использованием зеркала и без него. Особое внимание следует уделить графикам распределения интенсивности вдоль линии, проведенной через -100, 000 и 100 максимумы. Их сравнение показывает, что интенсивность фонового излучения при использовании зеркала уменьшилась в 10 раз, что позволило зарегистрировать дополнительные порядки дифракции. При этом видность 000 максимума увеличилась с 25% до 86%, а максимумов -100 и 100 – с 24% до 81%.

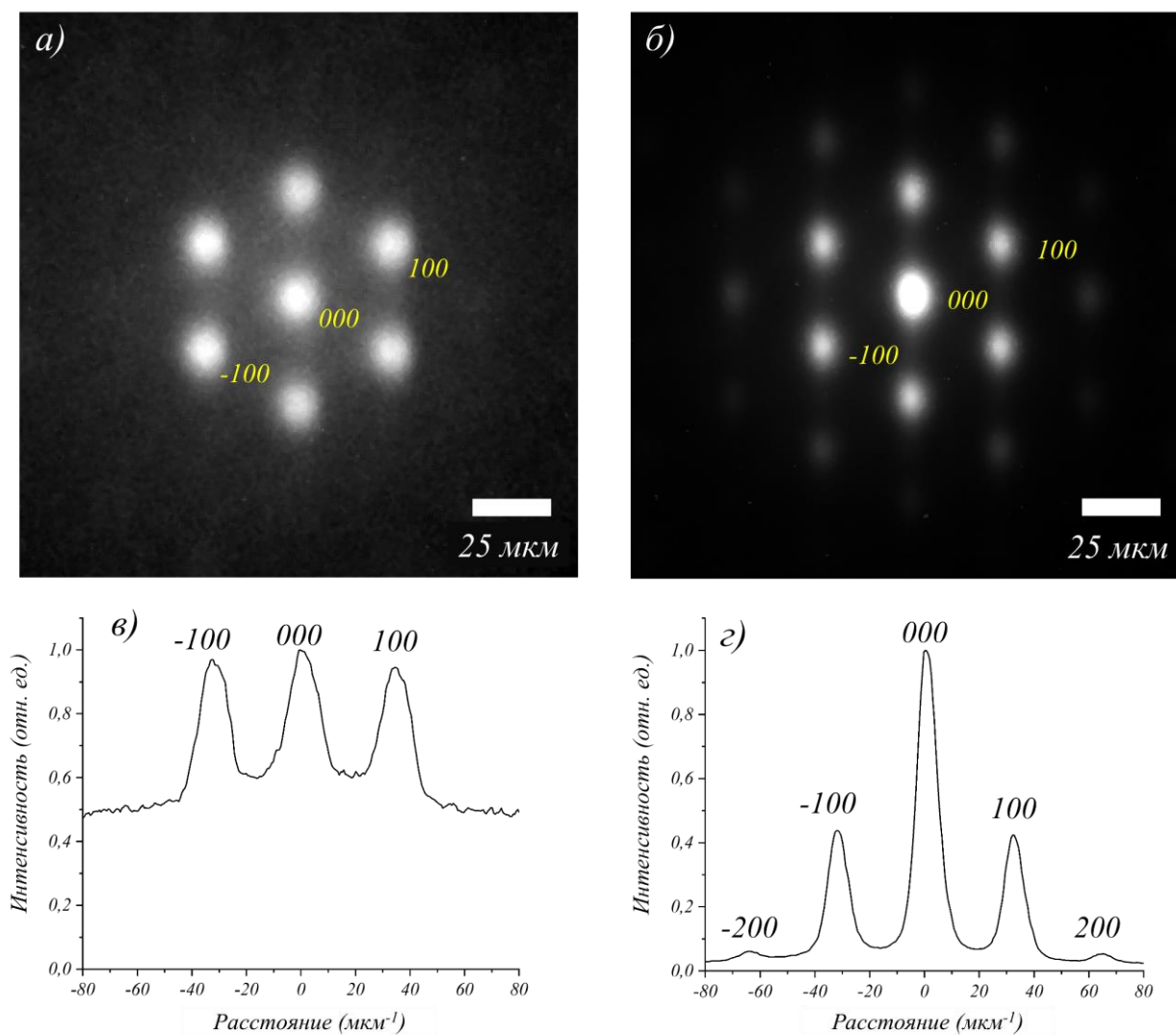


Рис. 3.4. Изображения картин дифракции от гексагональной сетки при одинаковых параметрах оптической схемы без кремниевого зеркала (а) и с его использованием (б).

(в, г) Нормализованные относительно максимума графики распределения интенсивности вдоль линии проведенной через -100, 000 и 100 максимумы.

Изменяя параметры оптической схемы и размер источника, можно продемонстрировать влияние параметра δ_s на картину дифракции. Для этого рассмотрим три случая, где не используется кремниевое зеркало. В первом случае расстояния L_1 и L_2 , а также размер источника S соответствуют схеме, представленной на рисунке 3.2. Здесь угловой размер источника равен 8 мкрад, что в 4 раза меньше угла дифракции 2θ . В результате дифракционные максимумы не сливаются и находятся на достаточно большом расстоянии, равном 30 мкм. Во втором случае расстояния L_1 и L_2 равны 0.66 м и 1.15 м. При том же размере источника (12×12 мкм²) параметр δ_s равен 18 мкрад, что в полтора раза меньше угла дифракции, в результате чего расстояния между максимумами стали значительно меньше по отношению к их размерам (20 мкм и 36 мкм). Увеличение размера источника в 2 раза привело к тому, что все максимумы слились в единое

пятно, из которого практически невозможно извлечь никакой необходимой для анализа информации. Изображения картин дифракции для всех 3 случаев представлены на рисунке 3.5.

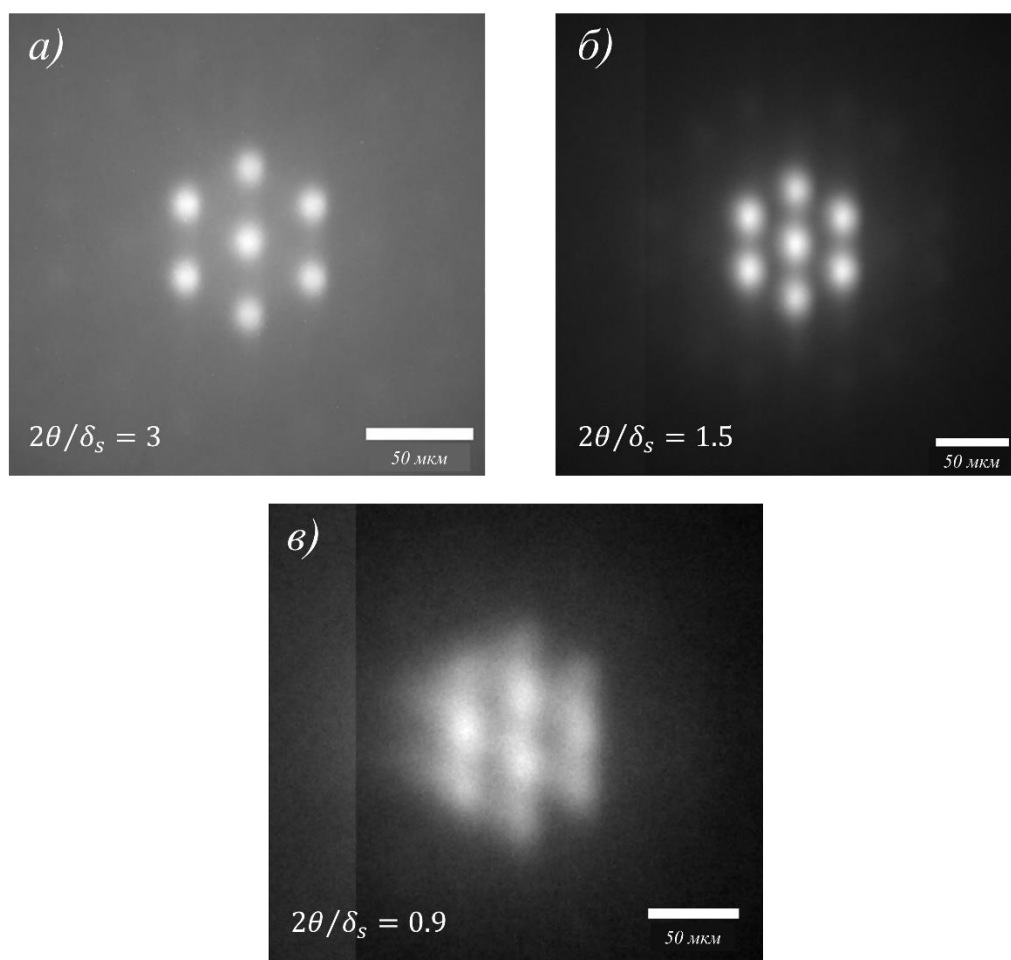


Рис. 3.5. Изображения картин дифракции для разной величины углового размера источника δ_s : 8 мкрад (а), 18 мкрад (б), 36 мкрад (в).

Геометрия на отражение.

Помимо геометрии на просвет, где излучение проходит сквозь исследуемый объект, метод малоугловой рентгеновской дифракции также может быть реализован и в геометрии на отражение. В этом случае объект выступает в роли отражающей дифракционной решетки. В работе [69] такая оптическая схема была использована в исследовании Si-Ge гетероструктур.

Для реализации данного метода в геометрии на отражение в лабораторных условиях в качестве тестового образца использовалась кремниевая линейная структура с периодом d , равным 10 мкм (Рис. 3.6). Она была установлена таким образом, чтобы вытравленные каналы были расположены вертикально, а отражение рентгеновского излучения происходило горизонтально от (111) кристаллических плоскостей под углом Брэгга $\theta_B = 12.34^\circ$. Более подробное описание механизма дифракции рентгеновского излучения на кристаллической

решетке твердых тел будет дано в главе 4. Оптическая схема эксперимента по малоугловой дифракции в геометрии на отражение представлена на рисунке 3.7 (а).

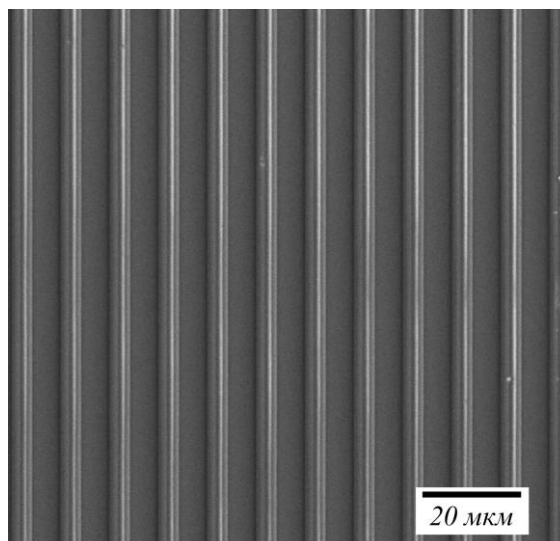


Рис. 3.6. Кремниевая линейная структура с периодом 10 мкм, использованная в качестве образца.

В сравнении с геометрией на просвет геометрия на отражение обладает двумя отличительными особенностями. Во-первых, при расчете расстояния x между дифракционными максимумами в качестве переменной d используется не период структуры, а его проекция на плоскость, перпендикулярную оптической оси, которая равна $d' = d \sin \theta_B$. Таким образом, можно искусственно уменьшить период структуры, на которой будет происходить дифракция излучения, тем самым увеличив угол 2θ . Это позволяет исследовать структуры, обладающие слишком большим периодом d , чтобы создать на камере разрешимую дифракционную картину в геометрии на просвет. На синхротронной станции практически всегда можно увеличить длину волны λ или расстояние от образца до камеры L . Однако при работе на лабораторном источнике энергия характеристической линии всегда фиксирована, а диапазон, в котором можно изменять L , сильно ограничен. В данном эксперименте $d' = 2.13$ мкм, а угол дифракции $2\theta = 63$ мкрад, который примерно в 5 раз больше, чем если бы структура исследовалась на просвет. Во-вторых, в такой геометрии излучение монохроматизируется образцом при отражении. Благодаря этому использование монохроматора для фильтрации тормозного излучения и улучшения видности дифракционных максимумов не является необходимым.

В качестве оптического элемента, формирующего дифракционную картину на камере, использовалась СПЛ из 19 двумерных бериллиевых линз с радиусом кривизны R , равным 50 мкм. Данная составная линза имела фокусное расстояние F , равное 0.33 м, и была расположена на расстояниях от источника и камеры L_1 и L_2 , равных 1 м и 0.5 м соответственно. Образец, повернутый вокруг вертикальной оси на угол $\theta_B = 12.34^\circ$, был установлен на расстоянии 0.15 м

за линзой. Таким образом, расстояние между образцом и камерой L было равно 0.35 м. Параметры источника были установлены так, чтобы получить фокальное пятно достаточно малого размера и при этом не иметь сильных потерь интенсивности. Поэтому мощность была равна 100 Вт, ускоряющее напряжение – 70 кВ, а размер источника – $12 \times 12 \text{ мкм}^2$ (FWHM). С целью ограничить расходимость рентгеновского пучка на расстоянии 30 мм от источника была установлена апертура диаметром 1 мм. Оптическая схема представлена на рисунке 3.7 (а). Изображения дифракционной картины регистрировались на камеру Rigaku с объективом 10х, обеспечивающим пространственное разрешение, равное 1.5 мкм.

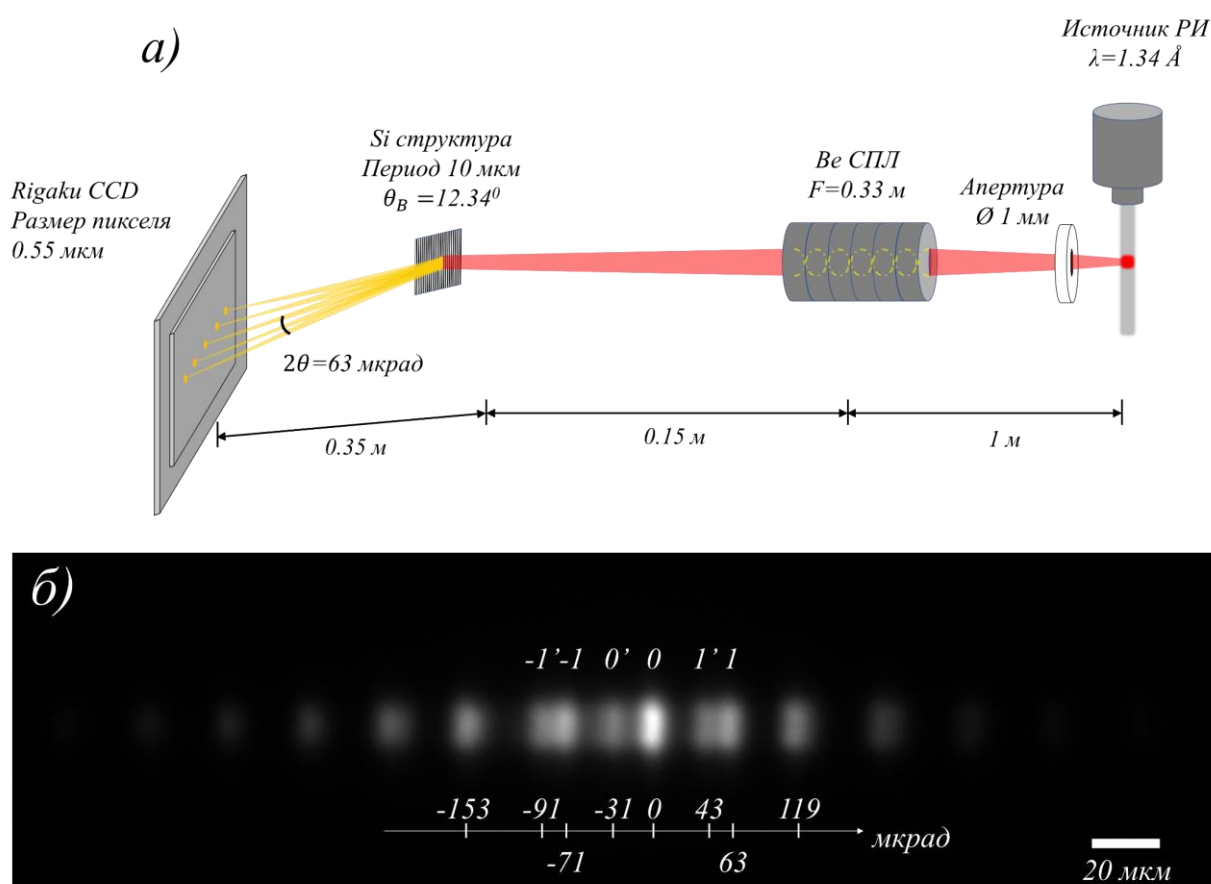


Рис. 3.7. (а) Оптическая схема отражающей геометрии метода малоугловой рентгеновской дифракции и полученная дифракционная картина (б). На дифракционной картине отмечены три центральных максимума $(-1,0,1)$, их дубликаты $(-1',0',1')$.

На полученной картине дифракции расстояние между максимумами составляет около 22 мкм, что соответствует расчётным значениям (Рис. 3.7. (б)). Однако центральные максимумы $(-1,0,1)$ расщеплены. Причиной этого является одновременное возникновение дифракции в геометриях Брэгга и Лауэ при взаимодействии излучения с кристаллической структурой перегородок, разделяющих линейные каналы. Одна часть фотонов при попадании на верхнюю плоскость перегородок отражается от нее как от зеркальной поверхности, а другая, уходя внутрь

на глубину экстинкции, выходит через боковые стенки, испытывая двукратное преломление. Таким образом, траектория распространения отразившихся лучей отличается друг от друга на 30 мкрад. Возможность возникновения данного эффекта связана с тем, что отражение 111 кремния на данной энергии излучения обладает кривой качания с аналогичной шириной, равной 29 мкрад (FWHM). Данный параметр характеризует величину диапазона углов в окрестности точного значения угла Брэгга θ_B , внутри которого выполняются условия для возникновения дифракции рентгеновского излучения на кристаллической решетке исследуемой пластины.

3.2. Просвечивающая рентгеновская микроскопия на базе преломляющих рентгеновских линз с субмикронным пространственным разрешением

Рентгеновская радиография является наиболее классическим методом получения прямого изображения объекта в рентгеновском диапазоне длин волн [72]. С момента изобретения данного метода основной областью его применения была медицина. В зависимости от степени поглощения излучения различными тканями тела на приемное устройство передавалась двумерная картина их очертаний. Благодаря этому получение информации об объекте происходило без хирургического вмешательства. Данный метод оказался наиболее применим для поиска повреждений человеческих костей. Это связано с тем, что разница в плотности между костной и другими тканями достаточно высокая, чтобы обеспечить высокий контраст изображения. Такой тип контраста называется контрастом поглощения или абсорбционным контрастом.

В процессе развития различных областей наук, например таких, как биология и материаловедение, возникла потребность в получении изображений объектов микрометрового размера. Для этого было необходимо улучшить пространственное разрешение оптической системы. Удовлетворять данную потребность помогали новые, более яркие рентгеновские источники, высокоразрешающие рентгеновские камеры, а также рентгеновская оптика, используемая для увеличения изображения. Однако объекты микрометрового размера, ввиду небольшой массы, чаще всего обладают и малым поглощением. В связи с этим абсорбционного контраста становится недостаточно для их исследования. На помощь в решении данной проблемы пришли синхротроны 3-го поколения. Достаточно малый размер источника S обеспечил высокую пространственную когерентность излучения для наблюдения фазового контраста в рентгеновском диапазоне, благодаря чему даже при слабом поглощении очертания объекта становятся видны на камере [14]. Данный эффект возникает в результате интерференции прямо проходящего пучка и пучка, преломленного на границах раздела сред (Рис. 3.8).

Все вышеописанные аспекты послужили основой для возникновения современного метода исследования, высокоразрешающей просвечивающей рентгеновской микроскопии. В настоящее время данный метод позволяет получать изображения объектов с пространственным разрешением около 10 нм в излучении с энергией менее 1 кэВ [73] и порядка 100 нм в излучении более высоких энергий [56,59]. Его можно использовать как в качестве основного инструмента для исследования динамических процессов [74,75], так и в качестве вспомогательного для точной юстировки образца, например, в дифракционных экспериментах [76,77].

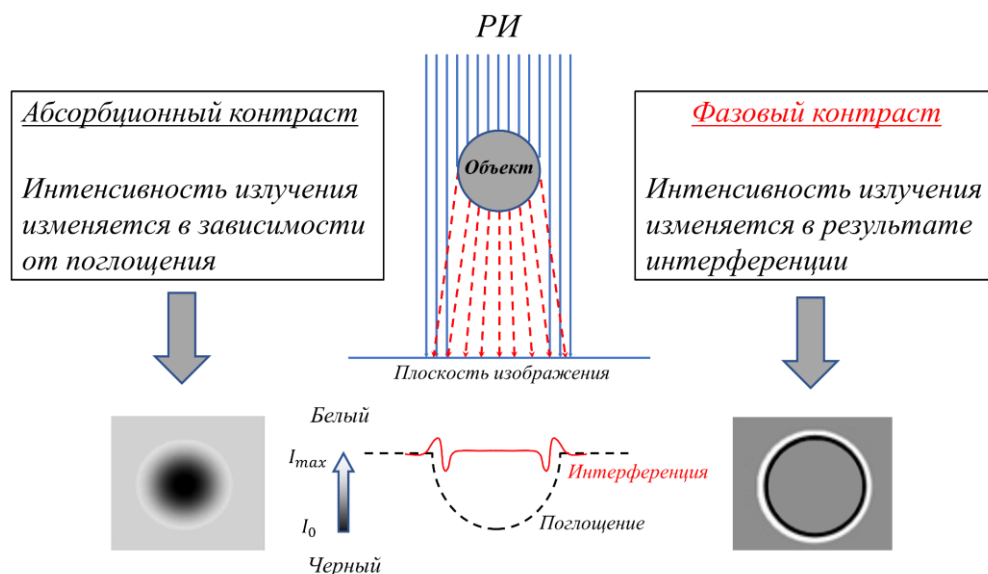


Рис. 3.8. Принципиальная схема формирования абсорбционного и фазового контраста.

Проекционная микроскопия без использования рентгеновской оптики является наиболее простым вариантом оптической схемы рентгеновской визуализации. Оптическая схема состоит из источника, исследуемого объекта и детектирующего устройства (камеры) с пространственным разрешением σ_d . Исследуемый объект располагается между источником и камерой на расстояниях L_1 и L_2 . В результате освещения объекта расходящимся пучком фотонов камера регистрирует увеличенное изображение. Коэффициент увеличения в проекционной микроскопии равен $M = (L_1 + L_2)/L_1$. Таким образом, отдаляя камеру от образца, можно получать все более увеличенное его изображение. Однако вместе с этим будет усиливаться и размытие изображения, ввиду того что любой реальный источник обладает конечным поперечным размером S . Таким образом, вместе с изображением объекта также будет передаваться и его проекция, называемая полутенью, пенумброй или геометрической нерезкостью. Размер полутени равен $S_p = SL_2/L_1$, из чего следует, что с увеличением расстояния между образцом и камерой величина S_p также будет увеличиваться. Ухудшение качества изображения будет заметно только в том случае, если размер полутени будет больше, чем пространственное разрешение камеры ($S_p > \sigma_d$). Поэтому

высокоразрешающую камеру, как правило, располагают как можно ближе к образцу, передавая изображение практически без увеличения, или используют источники с малым S , такие как нанофокусные рентгеновские трубки. С помощью таких трубок можно добиться высокого проекционного увеличения с минимальным размытием изображения.

В пучках с достаточно высокой пространственной когерентностью, где наблюдается фазовый контраст, также необходимо учитывать размытие краев объекта из-за дифракции Френеля. Величину размытия можно оценить как расстояние до первого дифракционного максимума $x_{fbf} \approx \sqrt{\lambda L_2}$. Таким образом, пространственное разрешение оптической схемы проекционной микроскопии равно [78]:

$$\sigma = \frac{\sqrt{S_p^2 + \sigma_d^2 + x_{fbf}^2}}{M}. \quad (3.2)$$

Для дополнительного увеличения изображения можно использовать зеркала, преломляющие рентгеновские линзы, а также зонные пластины Френеля. Последние изготавливаются с помощью современных методов литографии, обеспечивающих высокую точность технологического процесса. Благодаря этому пространственное разрешение в просвечивающей рентгеновской микроскопии с использованием зонных пластин Френеля может достигать 10 нм [73]. Данный вид оптики широко распространен в лабораторных экспериментах, однако лучше всего работает при сравнительно небольших энергиях (до 20 кэВ), что ограничивает область их применения исследованиями слабопоглощающих объектов.

Преломляющие рентгеновские линзы в отличие от зонных пластин Френеля способны эффективно работать в более широком энергетическом диапазоне от 2 кэВ до 200 кэВ [79]. Благодаря этому данной оптикой оснащена практически каждая синхротронная станция, где используется для визуализации объектов с субмикронным пространственным разрешением [59].

Во второй главе уже были представлены некоторые основные функциональные параметры преломляющих рентгеновских линз. Однако для достижения наилучшего пространственного разрешения ключевым из них является дифракционный предел. Данный параметр зависит от длины волны излучения λ , фокусного расстояния СПЛ F , а также её эффективной апертуры A_{eff} :

$$S_f \approx \frac{\lambda F}{A_{eff}}. \quad (3.3)$$

Представленная формула позволяет произвести оценку дифракционного предела только идеально изготовленной линзы и не учитывает дефекты преломляющей поверхности, соосность параболических углублений и особенности внутренней структуры материала. Наиболее простым

экспериментальным способом определить пространственное разрешение рентгеновского микроскопа является анализ полученного с помощью него изображения тестовой структуры с известными геометрическими параметрами.

На базе комплекса «SynchrotronLike» была разработана оптическая схема рентгеновского микроскопа, передающая увеличенное в 3 раза изображение объекта на камеру (Рис. 3.9). Первоначальная настройка оптической схемы была выполнена с использованием в качестве образца медной сетки с периодом 17 мкм. Изображения регистрировались на камеру Rigaku с объективом 2.5х. Для сокращения времени экспозиции в программном обеспечении камеры был установлен режим «binning», объединяющий 9 пикселей в квадрате 3х3 в один. Передача изображения сетки осуществлялась с помощью СПЛ, включавшей в себя 18 бериллиевых двумерных линз с радиусом кривизны 50 мкм. Фокусное расстояние F такой СПЛ составляло 0.35 м, а диаметр эффективной апертуры $A_{eff} = 345$ мкм. Линза была расположена на расстоянии L_1 от сетки, равном 0.47 м, и на расстоянии L_2 от камеры, равном 1.42 м. Параметры рентгеновской трубки были установлены таким образом, чтобы получить излучение максимальной интенсивности. Ускоряющее напряжение было равно 70 кВ, мощность – 200 Вт при размере источника S , равном 20×20 мкм² (FWHM).

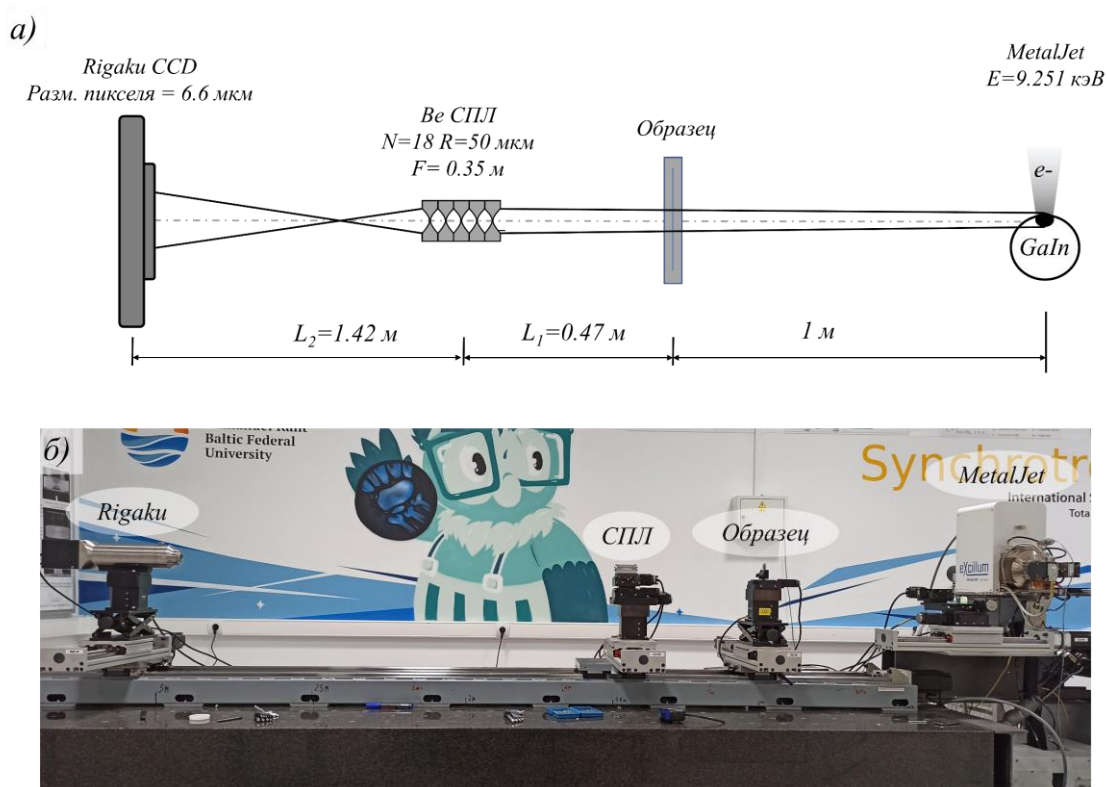


Рис. 3.9. Оптическая схема эксперимента по просвечивающей рентгеновской микроскопии на базе преломляющих рентгеновских линз (а) и её фото (б).

Преломляющие линзы, используемые в качестве объектива в просвечивающей микроскопии, одновременно передают изображение тестового объекта и рентгеновского

источника. Для того чтобы эти изображения не накладывались друг на друга, необходимо, чтобы образец был установлен на некотором расстоянии от рентгеновской трубки, в несколько раз большем, чем фокусное расстояние СПЛ F . На синхротронных станциях экспериментальная кабина, как правило, располагается на расстоянии нескольких десятков метров от ондулятора или поворотного магнита. В связи с этим фокальное пятно, являющееся изображением источника, формируется за СПЛ на расстоянии, близком к F . В то же время на расстоянии L_2 , где находится плоскость изображения образца, изображение источника расфокусировано и регистрируется как фоновое излучение с равномерным распределением интенсивности. По этой причине при сборке оптической схемы на лабораторном комплексе моторизованная башня с образцом была установлена на расстоянии 1 м от рентгеновской трубки. В результате яркое фокальное пятно от рентгеновского источника формировалось на расстоянии 0.46 м за СПЛ, а на камеру оно передавалось уже расфокусированным в виде пятна диаметром 750 мкм.

На рисунке 3.10 представлено изображение сетки, зарегистрированное рентгеновской камерой. За пределами апертуры линзы наблюдается проекционное изображение, однако внутри неё изображение сильно искажено. Это связано с тем, что генерируемое источником MetalJet излучение не является монохроматическим. Оно состоит из характеристического излучения с энергией 9.251 кэВ и тормозного с широким протяженным спектром до 70 кэВ, ограниченным ускоряющим напряжением. Тормозное излучение с низкой энергией сильно поглощается воздухом, а с высокой энергией проходит сквозь СПЛ практически не преломляясь. Последнее может привести к ухудшению пространственного разрешения оптической схемы.

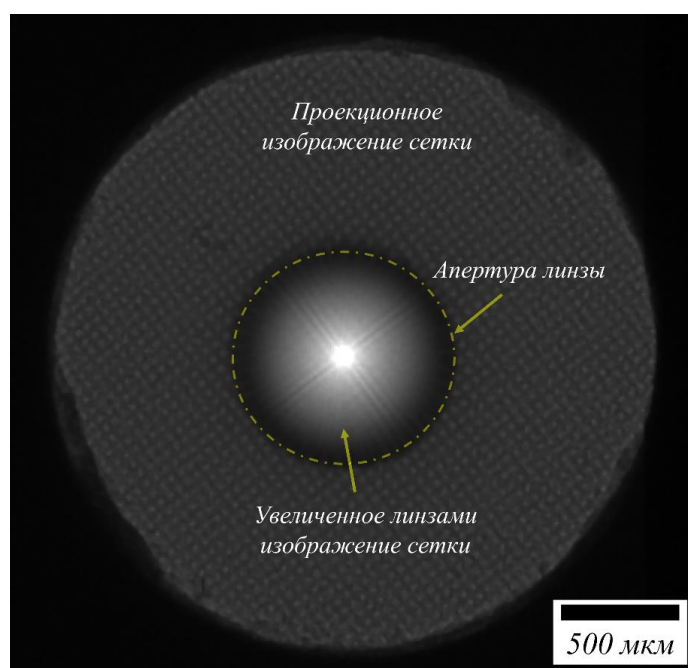


Рис. 3.10. Изображение сетки в рентгеновском просвечивающем микроскопе. Время экспозиции 40 мин.

Для фильтрации тормозного излучения, как и при тестировании эпоксидных сферических линз (п. 2.2), в оптическую схему было встроено кремниевое зеркало (Рис. 3.11), которое было установлено под углом полного внешнего отражения, равным $11'$ (0.183°). Кроме этого, была произведена замена объектива камеры Rigaku на другой с бóльшим оптическим увеличением ($10\times$), а также отключен режим «binning». В результате эффективный размер пикселя камеры составил 0.55 мкм , а с учетом увеличения оптической схемы – 0.183 мкм . На рисунке 3.12 (а) представлены график коэффициентов пропускания воздуха на расстоянии 1.47 м и кривая отражения зеркала. Используя данные кривые, можно определить результирующую кривую фильтрации спектра источника и вычислить спектр падающего на СПЛ излучения (Рис. 3.12 (б)).

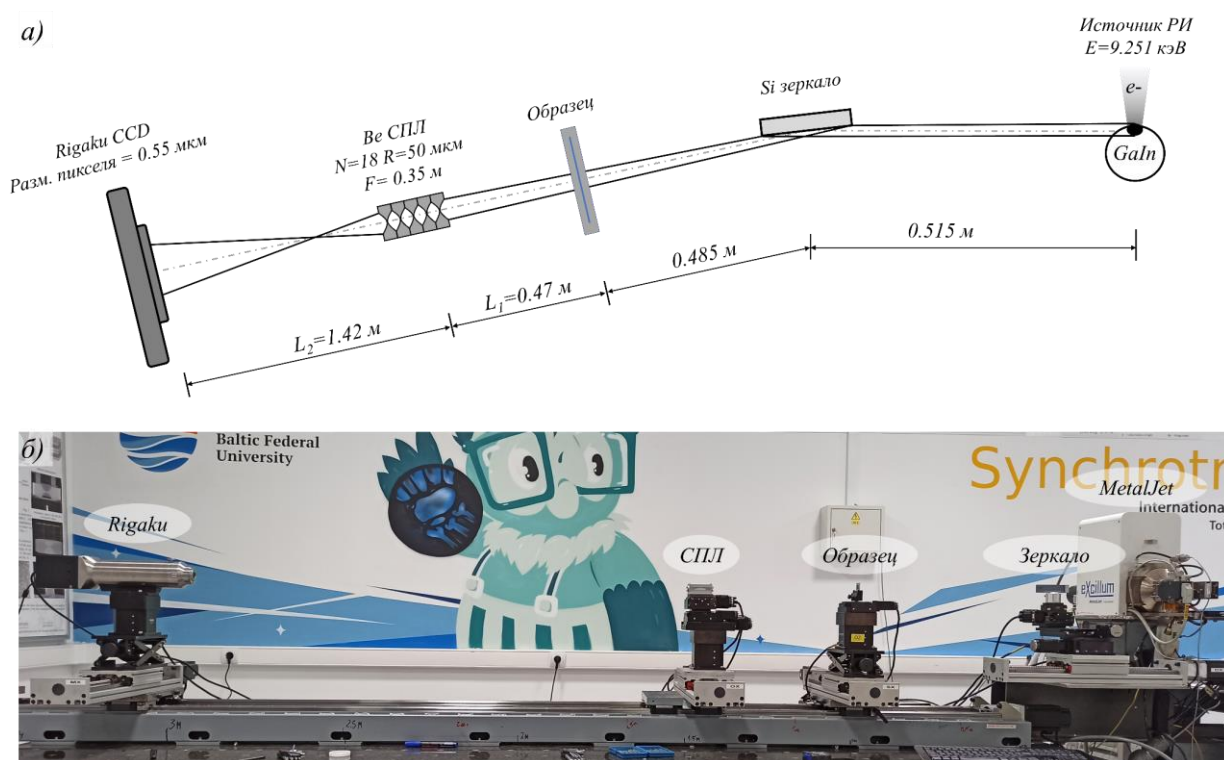


Рис. 3.11. Оптическая схема просвечивающей рентгеновской микроскопии с кремниевым зеркалом (а) и её фото (б).

Также вместо сетки в качестве образца была установлена звезда Сименса, аналогичная той, что была использована в эксперименте, описанном в п. 2.3.2. Для дополнительного улучшения качества изображения было произведено вычитание фона, которое было снято без образца при том же времени экспозиции камеры. Это позволило избавиться от неравномерного распределения фоновой интенсивности, возникающего при отражении излучения от зеркала и при его прохождении через зернистую структуру материала линз. По полученному изображению было определено, что пространственное разрешение оптической схемы находится в диапазоне от 1 мкм до 500 нм (Рис. 3.13).

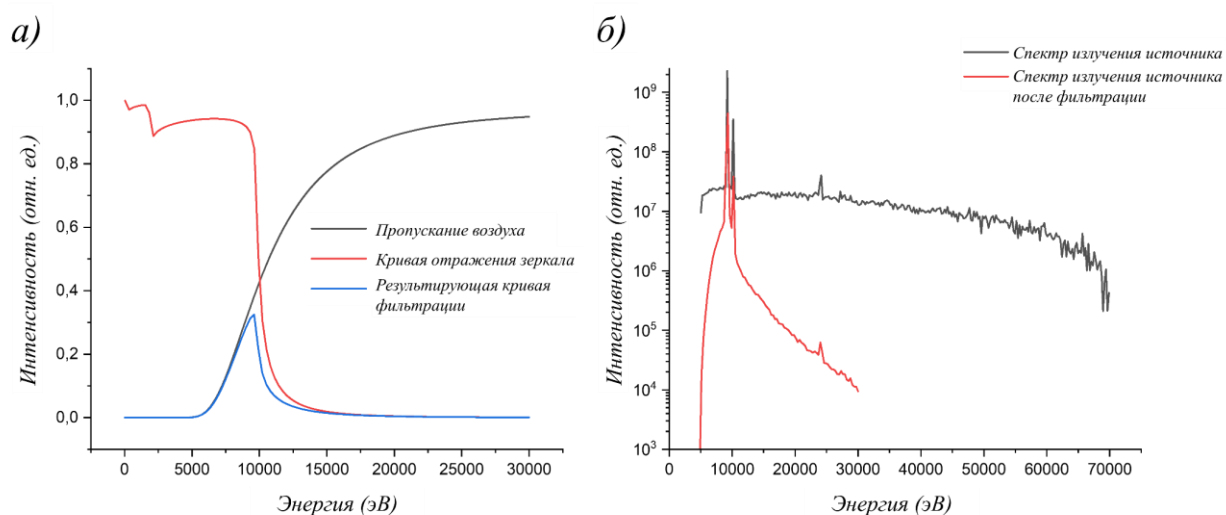


Рис. 3.12. (а) График кривой фильтрации спектра излучения источника, полученный путем произведения коэффициентов пропускания воздуха и коэффициентов отражения зеркала для различных энергий. (б) Сравнение исходного спектра излучения рентгеновского источника и спектра излучения, прошедшего фильтрацию на пути к СПЛ.

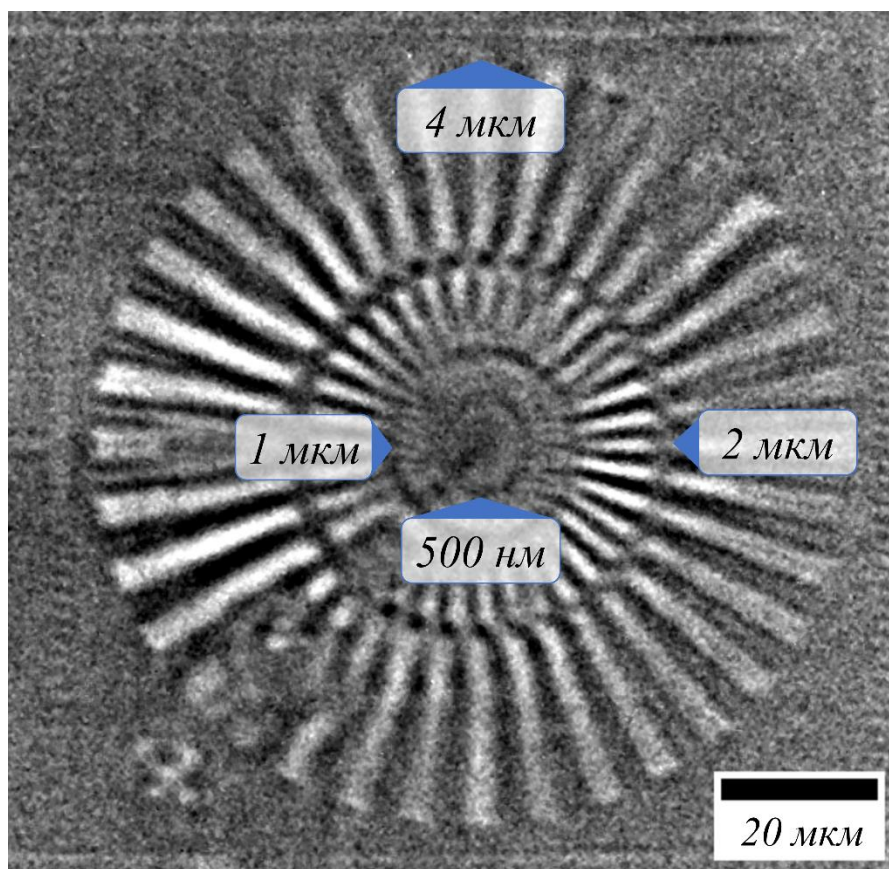


Рис. 3.13. Изображение Звезды Сименса в просвечивающем рентгеновском микроскопе. Время экспозиции 7 ч.

Для повышения точности измерения пространственного разрешения Звезда Сименса была заменена на рентгеновскую кремниевую зонную пластину Френеля диаметром 387 мкм. Она представляет собой набор кольцевых зон глубиной 9 мкм, вытравленных в кремниевой мембране толщиной 12 мкм. Выбор данного оптического элемента был обусловлен тем, что зонная пластина имеет аperiодическую структуру, в которой ширина зон постепенно уменьшается от центра к краю вплоть до 0.4 мкм, что позволяет использовать пластину для определения разрешающей способности оптической схемы. На полученном изображении зоны наблюдаются на расстоянии от центра пластины, не превышающем $r_n = 120$ мкм (Рис. 3.14).

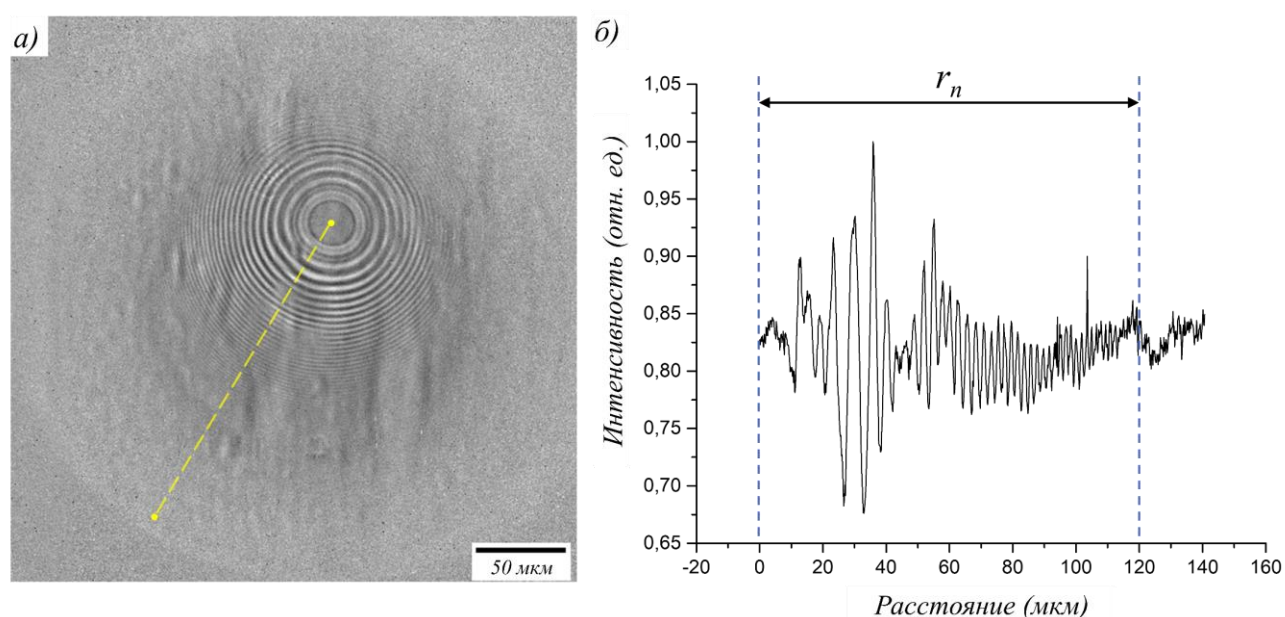


Рис. 3.14. (а) Изображение зонной пластины Френеля, полученное с выдержкой камеры, равной 16 ч. (б) Профиль распределения интенсивности вдоль пунктирной желтой линии на рисунке (а).

Структура пластины сформирована таким образом, чтобы фокусировать излучение с энергией 4 кэВ ($\lambda = 3.1 \text{ \AA}$) на расстоянии $F = 0.5$ м. Отсюда следует, что номер зоны $n = r_n^2 / (F\lambda)$ с радиусом r_n примерно равен 93. Для оценки разрешающей способности собранной оптической схемы необходимо найти расстояние между двумя соседними зонами согласно формуле (3.4), которое составило около 650 нм:

$$\sigma = r_n - r_{n-1} = (\sqrt{n} - \sqrt{n-1})\sqrt{F\lambda}. \quad (3.4)$$

В проекционной схеме добиться такого пространственного разрешения при аналогичном разрешении камеры σ_d и увеличении M невозможно. Здесь ограничивающим фактором является возникновение полутени. Для этого потребуется использовать рентгеновскую трубку с размером источника S не более 620 нм, что примерно в 30 раз меньше, чем у использованного в

эксперименте источника излучения. Из этого следует, что в собранном микроскопе использование рентгеновской трубки с малым размером источника не является необходимым.

Дополнительно с помощью численного моделирования [80] было изучено влияние некоторых параметров оптической схемы на регистрируемое изображение тестовой структуры. Процесс моделирования заключался в определении амплитуды и фазы волнового поля в пространстве путем последовательного использования принципа Гюйгенса-Френеля в форме интеграла Френеля-Кирхгофа [81]:

$$E(x, y, z) = -\frac{i}{\lambda} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} E_0(x_0, y_0) \frac{e^{ikr}}{r} \cos(\theta) dx_0 dy_0, \quad (3.5)$$

где $E(x, y, z)$ – комплексная амплитуда искомого волнового поля в точке наблюдения $P(x, y, z)$, $E(x_0, y_0)$ – комплексная амплитуда поля в точке $O(x_0, y_0)$, лежащей в плоскости, перпендикулярной оптической оси и в которую помещен оптический элемент, r – расстояние между точками O и P , θ – угол между прямой, соединяющей точки O и P , и плоскостью, в которой находится оптический элемент, λ – длина волны, $k = 2\pi/\lambda$ – волновое число.

Комплексную амплитуду волны, прошедшей через оптический элемент, можно представить как:

$$E_0(x_0, y_0) = u(x_0, y_0)\tau(x_0, y_0), \quad (3.6)$$

где $u(x_0, y_0)$ – поле в плоскости оптического элемента, созданное волной с амплитудой u_0 от источника, находящегося на расстоянии z_0 , а $\tau(x_0, y_0)$ – комплексная функция пропускания оптического элемента. Данные параметры равны:

$$u(x_0, y_0) = \frac{u_0}{\sqrt{x_0^2 + y_0^2 + z_0^2}} e^{ik\sqrt{x_0^2 + y_0^2 + z_0^2}}, \quad (3.7)$$

$$\tau(x_0, y_0) = e^{-ik[\delta - i\beta]t(x_0, y_0)}, \quad (3.8)$$

где параметр $t(x_0, y_0)$ в выражении (3.8) является функцией толщины оптического элемента вдоль оптической оси в поперечных координатах x_0 и y_0 .

С целью упрощения вычислений необходимо использовать алгоритм быстрого преобразования Фурье [82]. Для этого следует записать выражение (3.5) в виде:

$$E(x, y, z) = B(x, y, z) \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} A(x_0, y_0) e^{-i2\pi\left(\frac{x}{\lambda z}x_0 + \frac{y}{\lambda z}y_0\right)} dx_0 dy_0, \quad \text{где} \quad (3.9)$$

$$A(x_0, y_0) = E_0(x_0, y_0) e^{\frac{ik}{2z}(x_0^2 + y_0^2)}, \quad B(x, y, z) = -\frac{i}{\lambda} \frac{e^{ikz}}{z} e^{\frac{ik}{2z}(x^2 + y^2)} \quad (3.10)$$

На начальном этапе численного исследования был выбран точечный источник с энергией излучения 9.251 кэВ, равной характеристической линии источника MetalJet, используемого в эксперименте. В качестве тестового объекта использовалась Звезда Сименса. Увеличенное изображение Звезды Сименса было получено на расстоянии L_2 , соответствующем формуле тонкой линзы и равном 1.42 м (Рис. 3.15 (б)). Измеренное пространственное разрешение оптической схемы составило около 150 нм, что соответствует дифракционному пределу рентгеновского объектива S_f . Следует отметить, что в данной конфигурации оптической схемы наблюдаемый фазовый контраст минимален. Однако подчеркивание краев структуры связано с конечным размером эффективной апертуры линзы, из-за чего происходит дискриминация высоких пространственных частот при обратном преобразовании Фурье, которое выполняет СПЛ при построении изображения.

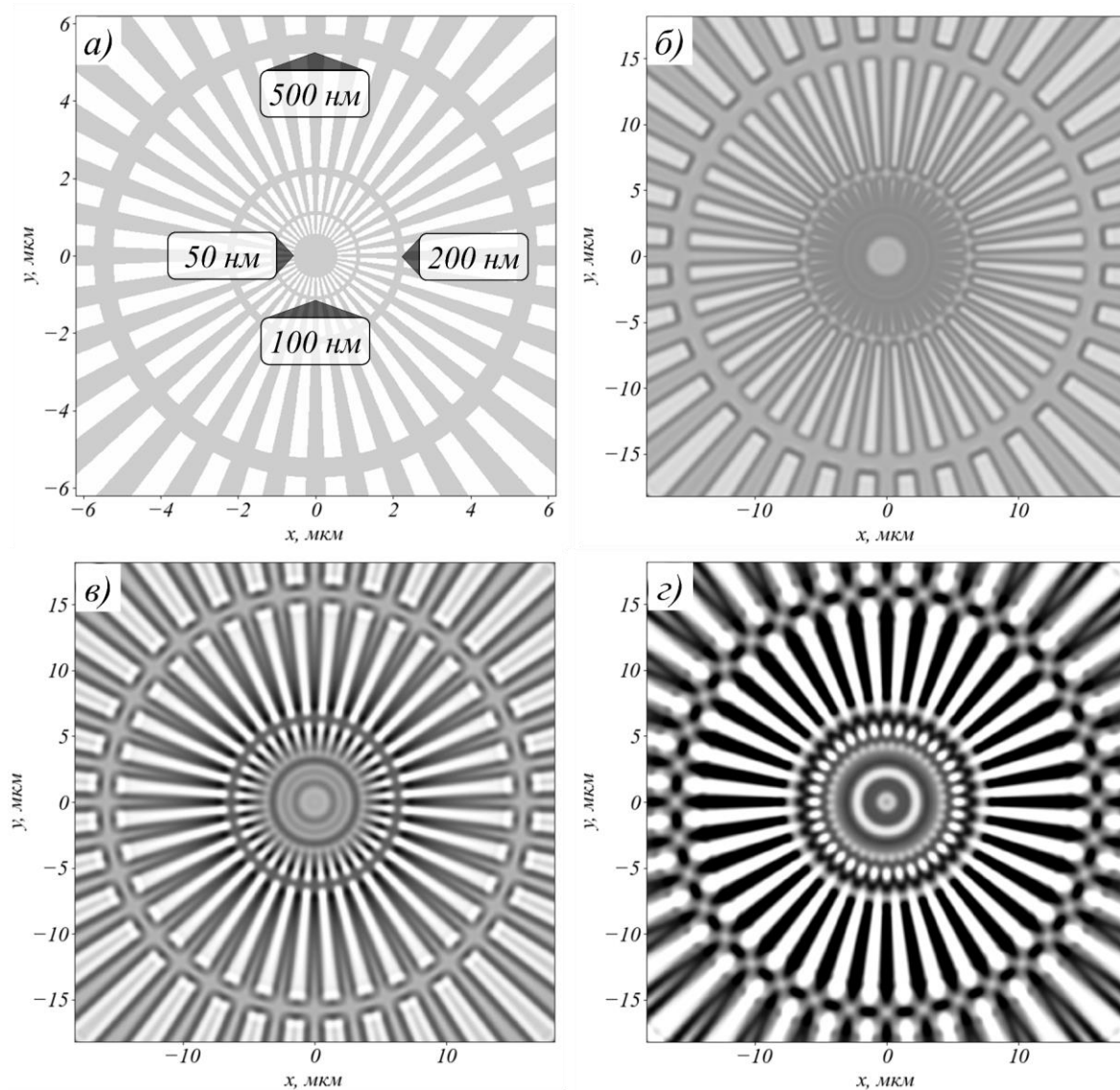


Рис. 3.15. (а) Изображение численной модели Звезды Сименса. Результаты численного моделирования приходящего на рентгеновскую камеру волнового фронта при точном значении L_2 (б), $L_2 + 2$ мм (в), $L_2 + 10$ мм (г).

В реальном эксперименте оптические элементы нередко устанавливаются на расстояниях, близких к расчетным значениям L_1 и L_2 ввиду ограниченной точности измерительных приборов, что приводит к искажению изображения. В вышеописанном эксперименте образец, СПЛ и камера устанавливались с точностью ± 1 мм. В связи с этим следующее изображение было рассчитано при $L_2 + 2$ мм (Рис. 3.15 (в)). Данное значение соизмеримо с глубиной фокуса, равной 1.5 мм, из-за чего пространственное разрешение практически не изменилось. В то же время при увеличении L_2 камера начинает регистрировать изображение интерференционной картины, формируемой когерентным излучением за образцом, что приводит к усилению фазового контраста. При дальнейшем увеличении расстояния L_2 до 10 мм очертания объекта становятся неразличимы из-за усиливающихся интерференционных эффектов, приводящих к искажению изображения элементов структуры объекта с характерными размерами менее 200 нм (Рис. 3.15 (г)).

Дальнейшее вычисление производилось с условием, что камера располагается в положении $L_2 + 2$ мм, как на рисунке 3.15 (в). При увеличении размера источника S до 20 мкм, имитируя условия эксперимента, характерный размер искажений не превысил величину дифракционного предела СПЛ (Рис. 3.16 (а)). Кроме того, контраст изображения Звезды Сименса практически не изменился. Последующее увеличение источника до 1 мм привело к значительной потере когерентности излучения и, следовательно, ослаблению фазового контраста. При этом пространственное разрешение, определяемое с помощью контраста поглощения, осталось прежним (Рис. 3.16 (б)).

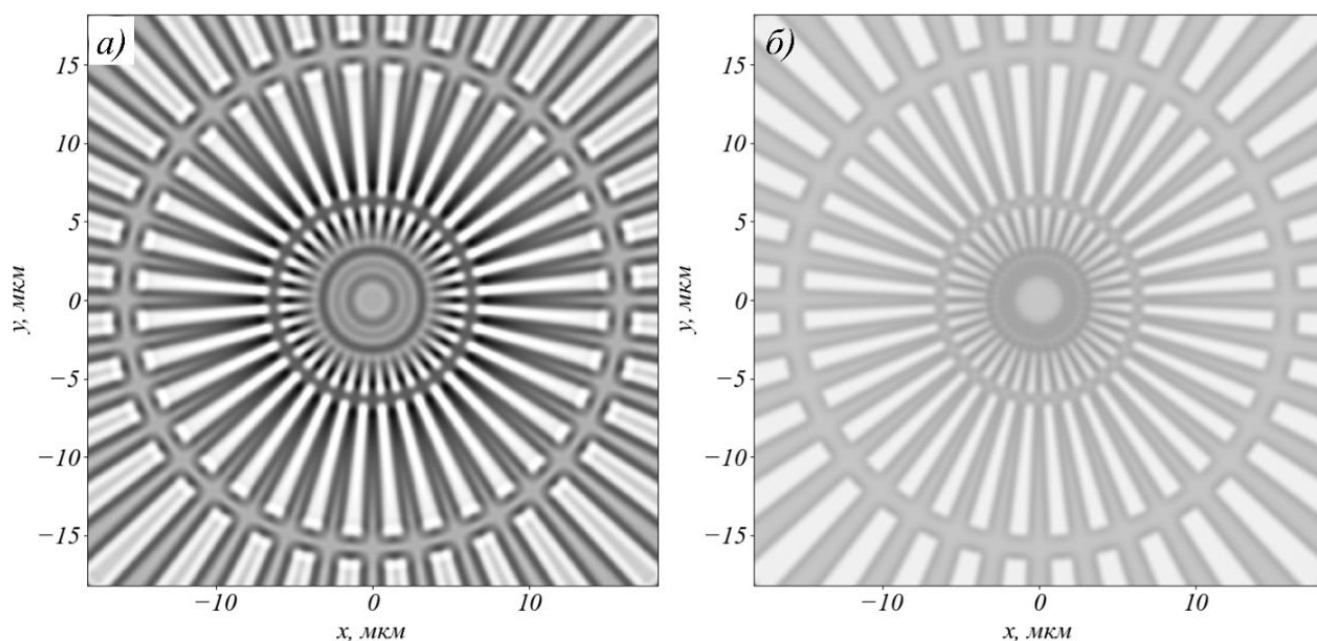


Рис. 3.16. Результаты численного моделирования после увеличения размера источника S до 20 мкм (а) и 1 мм (б).

Как отмечалось ранее, одним из важных параметров при работе с СПЛ является степень монохроматизации излучения. Результат численного моделирования с учетом размера источника и спектра излучения, монохроматизированного зеркалом, представлен на рисунке 3.17, где можно наблюдать ухудшение пространственного разрешения до 500 нм.

Следует отметить, что результат регистрации волнового поля детектирующим устройством также зависит от некоторых параметров. Так, пространственное разрешение, определяемое характеристиками используемого в камере Rigaku сцинтиллятора, объектива и светочувствительной матрицы, приводит к размытию регистрируемого изображения. В то же время тепловое движение электронов внутри приемного элемента способствует возникновению шума, существенно ухудшающего контраст регистрируемого изображения. С учетом пространственного разрешения камеры Rigaku и соотношения сигнал/шум были получены смоделированные изображения тестового объекта (Рис. 3.18 (а)).

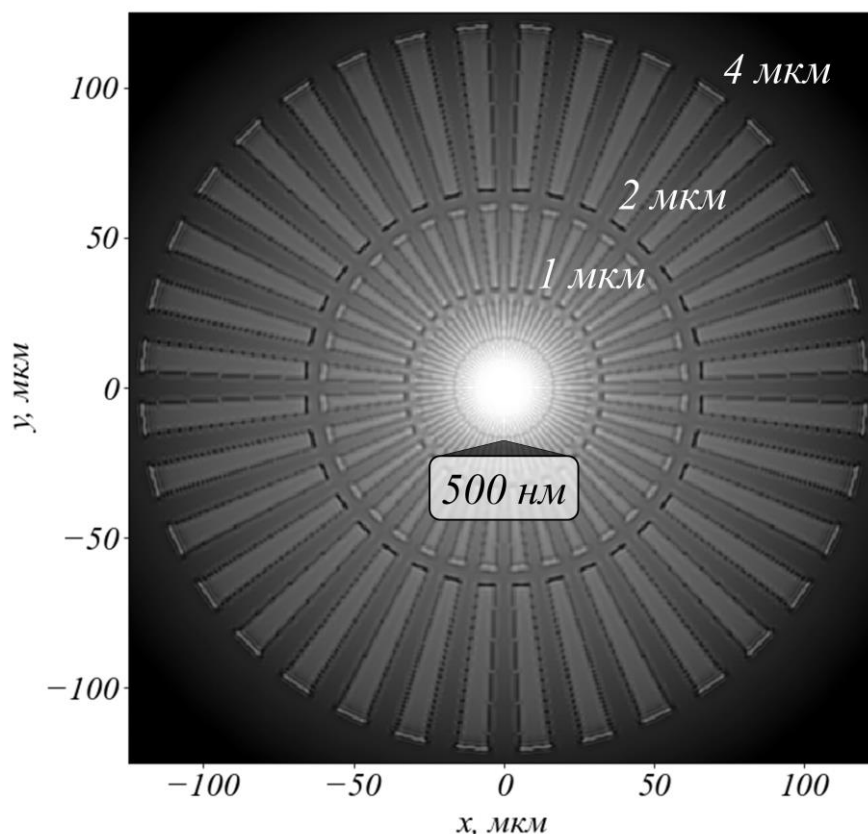


Рис. 3.17. Результат численного моделирования после добавления спектра излучения.

С учетом фонового изображения, рассчитанного без образца (Рис. 3.18 (б)), так же, как и в эксперименте, методом деления было минимизировано влияние эффектов, вносимых оптической системой. В результате контраст и пространственное разрешение рассчитанного изображения оказались аналогичными таковым на изображении, полученном в ходе эксперимента (Рис. 3.18 (в, г)).

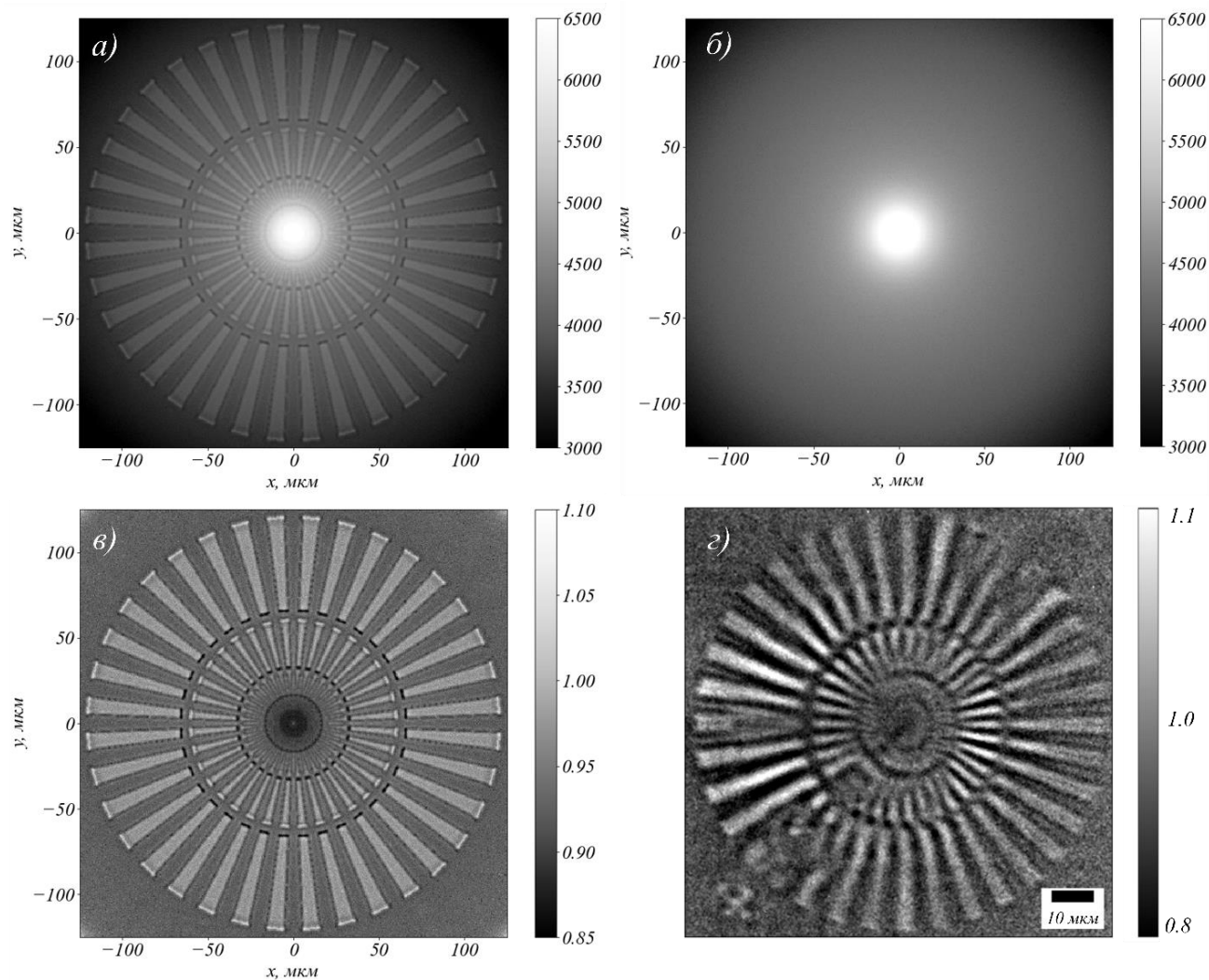


Рис. 3.18. Результат моделирования изображения тестового объекта (а) и изображения фона с учетом особенностей камеры (б). (в) Результат деления (а) на (б). (г) Изображение, полученное в ходе эксперимента для сравнения. Справа от изображений представлены шкалы интенсивности в относительных единицах.

3.3. Заключение к главе 3

В настоящей главе представлены результаты реализации двух синхротронных экспериментальных методов исследования в лабораторных условиях с учетом особенностей пучка, генерируемого источником MetalJet. Метод малоугловой рентгеновской дифракции, широко используемый для исследования упорядоченных мезоскопических структур, был реализован в двух геометриях – на просвет и на отражение. В первом случае излучение фокусировалось на камеру с помощью набора из 10 двумерных бериллиевых линз с радиусом кривизны вершины параболического профиля 50 мкм. В качестве образца была использована кремниевая сетка с гексагональной симметрией и периодом 4.2 мкм, расположенная на некотором расстоянии за линзами, не превышающем фокусное.

В результате расстояние между дифракционными максимумами на полученном изображении составило 30 мкм, что соответствует рассчитанному значению. При этом размер этих максимумов составил 9 мкм (FWHM), что обусловлено маленьким размером источника, формируемого микрофокусной рентгеновской трубкой. Благодаря этому дифракционные максимумы не перекрывались и были расположены на достаточном расстоянии друг от друга, чтобы можно было произвести анализ дифракционной картины.

На основании полученных результатов было сформулировано условие, заключающееся в том, что угловой размер рентгеновского источника, отсчитываемый от СПЛ, должен быть меньше, чем угол дифракции излучения на упорядоченной структуре образца. В противном случае дифракционные максимумы сливаются в единое пятно, не поддающееся дальнейшему анализу. Достоверность этого условия была продемонстрирована путем регистрации дифракционной картины при разных соотношениях угла дифракции и углового размера источника. Дополнительно было исследовано влияние тормозного излучения на видность картины дифракции. Введение в оптическую схему кремниевого зеркала под углом полного внешнего отражения, фильтрующего тормозное излучение с энергией выше 10 кэВ, позволило снизить интенсивность фона в 10 раз, повысить видность дифракционных максимумов с 25% до 85% и зарегистрировать дополнительные порядки дифракции.

Тестирование схемы на отражение производилось с помощью 19 двумерных бериллиевых линз с радиусом кривизны 50 мкм и кремниевой пластины, используемой в качестве образца. На поверхности пластины была сформирована микроструктура в виде прямолинейных каналов глубиной 3 мкм и периодом 10 мкм. Образец был установлен под углом брэгговского отражения 111, при котором излучение одновременно взаимодействовало как с кристаллической решеткой пластины, так и с микроструктурой на её поверхности. Расстояние между дифракционными максимумами оказалось равно 22 мкм, что соответствует теоретическим расчетам. Однако три центральных максимума (-1,0,1) были расщеплены из-за дифракции излучения, одновременно происходящей в геометриях Брэгга и Лауэ. В геометрии Лауэ часть излучения испытывала преломление и выходила из структуры под углом, отличным от угла Брэгга примерно на 30 мкрад, что не превышает ширину кривой качания кремния. Следует отметить, что в данной схеме не является обязательной дополнительная монохроматизация, так как она происходит при отражении излучения от образца.

Для реализации метода просвечивающей рентгеновской микроскопии с использованием преломляющих линз была разработана оптическая схема, обеспечивающая субмикронное пространственное разрешение. Для этого использовалась высокоразрешающая камера Rigaku с размером пикселя 0.55 мкм и пространственным разрешением 1.5 мкм. В качестве образца на этапе настройки оптической схемы была установлена медная сетка с периодом 17 мкм. Её

изображение передавалось на камеру с трехкратным увеличением набором из 18 двумерных бериллиевых линз с радиусом кривизны параболического профиля 50 мкм. Основными факторами, затрудняющими выполнение лабораторных исследований с помощью данного метода, являются: 1) одновременная передача изображения образца и источника рентгеновского излучения, 2) наличие тормозного излучения более высокой энергии, искажающего изображение объекта. Для минимизации их влияния в оптическую схему было встроено кремниевое зеркало, установленное под углом полного внешнего отражения и фильтрующее излучение с энергией более 10 кэВ. Кроме этого, образец был размещен на расстоянии 1 м от рентгеновской трубки, благодаря чему изображение источника в виде фокального пятна не накладывалось на изображение образца.

Пространственное разрешение собранной оптической схемы определялось с помощью двух тестовых структур – звезды Сименса и кремниевой зонной пластины Френеля. По их изображениям было определено, что значение данного параметра составляет не более 700 нм. Дополнительно было проведено численное моделирование, в ходе которого было исследовано влияние некоторых параметров оптической схемы на качество изображения. Так, увеличение расстояния между камерой и СПЛ на 2 мм позволило усилить фазовый контраст. В то же время отдаление камеры на 10 мм привело к значительным искажениям изображения ввиду интерференционных эффектов и выхода из глубины фокуса. Увеличение размера источника практически не повлияло на пространственное разрешение оптической схемы, однако это привело к значительной потере когерентности излучения и ослаблению фазового контраста. Таким образом, предложенный рентгеновский микроскоп может быть реализован не только с использованием микрофокусных рентгеновских трубок, но и на базе классических лабораторных источников, обладающих большей мощностью и большим размером фокального пятна электронного пучка. С одной стороны, это позволит сократить время экспозиции, а с другой – исследование объектов будет производиться преимущественно с помощью контраста поглощения ввиду меньшей когерентности излучения. Сокращение времени экспозиции необходимо для выполнения трехмерной реконструкции методом рентгеновской томографии, требующей регистрации большого количества проекций образца под разными углами [83].

Глава 4. Исследование внутренней структуры алмазной рентгеновской оптики и алмазных наковален методом рентгеновской топографии

4.1. Теоретические основы рентгеновской топографии

Среди неразрушающих методов исследования внутренней структуры объектов особое место занимают методы, основанные на явлении рентгеновской дифракции. Начало экспериментальному исследованию материалов с их помощью было положено в 1912 году, когда М. фон Лауэ и его коллегами были получены дифрактограммы от кристалла каменной соли [84]. Затем в 1913 году Г. Вульфом и У. Брэггом было разработано условие, позволяющее определять положение интерференционных максимумов рентгеновских лучей, рассеянных кристаллической решеткой образца [85]. Представленная ими формула связывает длину волны излучения λ , межплоскостное расстояние кристаллической решетки образца d и угол Брэгга θ , под которым дифрагированный луч отражался от данных плоскостей:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (4.1)$$

где n – порядок дифракции. Таким образом, зная длину волны и угол Брэгга, можно определить межплоскостное расстояние (Рис. 4.1 (а)).

Для исследования внутренней структуры объектов с помощью дифракции достаточно иметь лабораторный рентгеновский источник с определенной длиной волны характеристического излучения, коллиматор, ограничивающий размер используемого пучка, и детектор (Рис 4.1, б). Для этого выполняют сканирование по углам θ и 2θ , где 2θ – угол поворота детектора вокруг образца относительно падающего пучка. В процессе сканирования детектором регистрируется набор отражений от нескольких кристаллографических плоскостей в виде пиков интенсивности. Диапазон углов, внутри которых существует каждое из отражений, называется кривой качания. Полученный в результате график зависимости интенсивности от угла θ позволяет получить информацию о параметрах кристаллической решетки.

Определение ориентации кристаллографических плоскостей в кристалле производится с использованием индексов Миллера. Их вычисление происходит следующим образом: 1) строится трехмерная система координат, где длина единичного вектора на каждой из осей равна параметру решетки в соответствующем направлении; 2) определяются координаты точек в единицах параметров решетки, где плоскость пересекает оси; 3) вычисляются обратные значения полученных координат и приводятся к наименьшему целому, кратному каждому из них. Таким

образом, если плоскость пересекает оси в точках с координатами 4, 1 и 2, то обратные значения будут равны $1/4$, 1 и $1/2$, а индексы Миллера (142). В то же время, если плоскость пересекает только одну или две оси, то соответствующие индексы будут равны нулю, например (001) или (011). Для точек пересечения, находящихся в области координат с отрицательными значениями, индексы также будут отрицательными, например $(\bar{1}11)$. Индексы Миллера, заключенные в квадратные скобки [111], обозначают кристаллографические направления. Семейства кристаллографических плоскостей и направлений обозначаются с помощью фигурных и треугольных скобок соответственно, например {111} и $\langle 111 \rangle$.

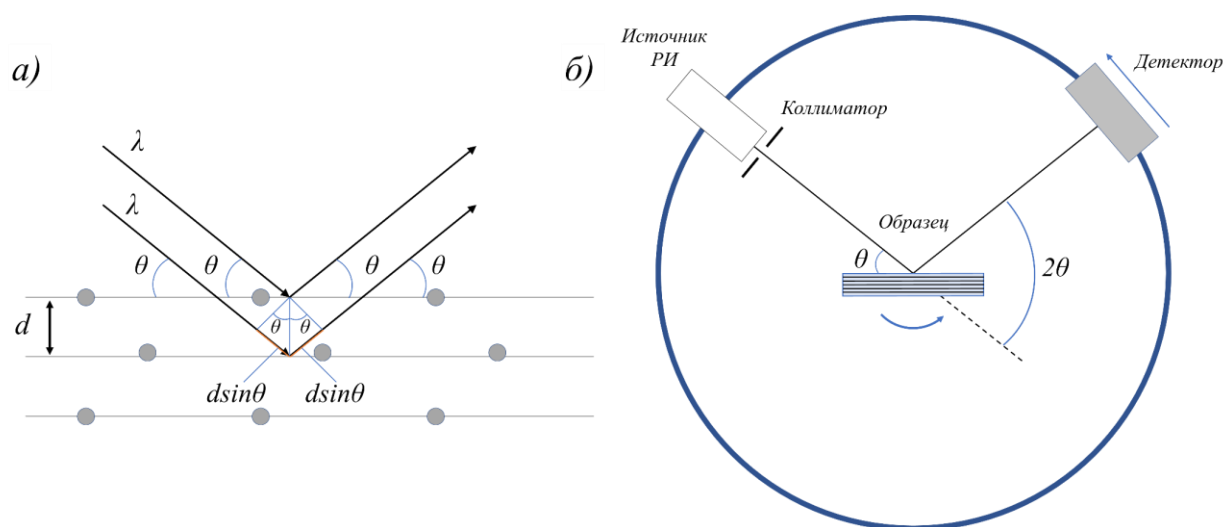


Рис. 4.1. (а) Принципиальная схема, иллюстрирующая закон Вульфа–Брэгга.
(б) Принципиальная схема рентгеновского дифрактометра.

Если в качестве детектирующего устройства использовать рентгеновскую камеру с высоким пространственным разрешением, то каждое отражение будет регистрироваться как двумерное изображение, характеризующее область внутри кристалла, удовлетворяющую условию Вульфа–Брэгга. При этом распределение интенсивности внутри отражения может быть неоднородным, что будет указывать на наличие дефектов в исследуемых кристаллографических плоскостях. Данный метод называется рентгеновской топографией и активно используется для неразрушающего контроля качества внутренней структуры кристаллов.

Разрешающая способность данного метода помимо пространственного разрешения камеры зависит ещё от нескольких параметров [86,87]. В плоскости рассеяния, в которой лежат падающий и дифрагированный лучи, возникают дифракционные и спектральные уширения. Первое описывается динамической теорией рассеяния рентгеновских лучей и может быть рассчитано как:

$$\delta x_D = \Lambda \operatorname{tg} \theta = \frac{\lambda \cos \theta}{C \chi_{hkl}} \operatorname{tg} \theta, \quad (4.2)$$

где Λ – экстинкционная длина, характеризующая глубину проникновения пучка в кристалл, на которой его интенсивность падает в e раз; χ_{hkl} – фурье-компонента поляризуемости кристалла, соответствующая атомным плоскостям с индексами Миллера (hkl); C – поляризационный фактор, равный $\cos 2\theta$ для компонент, поляризованных в плоскости рассеяния, и равный 1 для компонент, поляризованных перпендикулярно этой плоскости.

Спектральное уширение зависит от степени монохроматизации падающего на кристалл излучения и оценивается формулой:

$$\delta x_{\Delta\lambda} = L_2 \operatorname{tg} \theta \frac{\delta\lambda}{\lambda}, \quad (4.3)$$

где L_2 – расстояние от кристалла до детектора, а $\delta\lambda/\lambda$ – относительная спектральная ширина излучения. С одной стороны, строгая монохроматизация излучения повышает чувствительность метода к каждому отдельному дефекту кристалла, а с другой – использование широкого спектра позволяет в экспресс-режиме обнаружить дефектные области. Примером этому является топография в белом пучке, где используется немонахроматическое излучение. С его помощью можно получить сразу несколько отражений пучка от нескольких разноориентированных систем кристаллографических плоскостей.

В направлении, перпендикулярном плоскости рассеяния, ухудшение качества топографического изображения происходит вследствие геометрического уширения, возникающего из-за конечного размера источника излучения. Геометрическое уширение можно оценить по формуле:

$$\delta x_S = \frac{SL_2}{L_1}, \quad (4.4)$$

где S – размер источника излучения, L_1 – расстояние между источником и кристаллом. Данный эффект напрямую зависит от величины проекции углового размера источника на рентгеновской камере. Поэтому для минимизации его влияния необходимо использовать источники с маленьким S (например, микрофокусные), а также располагать кристалл как можно дальше от источника и как можно ближе к камере.

Возможности данного метода при его реализации на синхротронном и лабораторном источниках во многом отличаются. Во-первых, гораздо бóльшая интенсивность синхротронного излучения позволяет сократить время экспозиции с нескольких часов до пары минут. Это, в свою очередь, дает возможность использовать сложные многокристалльные системы монохроматизации пучка и при этом сохранить оптимальную длительность экспериментального

процесса. Во-вторых, расстояние между образцом и источником излучения на синхротронных станциях в десятки, а то и в сотни раз больше, чем в лаборатории, благодаря чему удается минимизировать влияние геометрического уширения.

Кроме этого, большое расстояние от источника L_1 позволяет получить топограмму всего образца всего лишь за один снимок, так как проекция кривой качания соизмерима с размерами кристалла (Рис. 4.2). На лабораторном источнике при использовании характеристической линии излучения необходимо выполнять θ - 2θ сканирование для получения топограммы. Это связано с тем, что сферический волновой фронт падающего на кристалл пучка имеет небольшой радиус кривизны из-за малого расстояния L_1 . При этом разместить образец на достаточном удалении от лабораторного источника не представляется возможным ввиду сильных потерь интенсивности вдоль оси пучка. Поэтому область кристалла, с которой происходит отражение излучения, имеет форму линии, перпендикулярной плоскости рассеяния. При сканировании область отражения будет перемещаться по кристаллу, постепенно отображая внутренние дефекты. Например, если взять кристалл размером 1 мм и расположить его на расстоянии 1 м от лабораторного источника, то на него будет падать пучок с угловой шириной 0.06° . В то же время, если увеличить расстояние до 30 м, имитируя условия эксперимента на синхротронной станции, то падающий на кристалл пучок будет иметь расхожимость 0.002° , что соизмеримо с шириной кривой качания отражения 111 кремния при энергии излучения 12 кэВ.

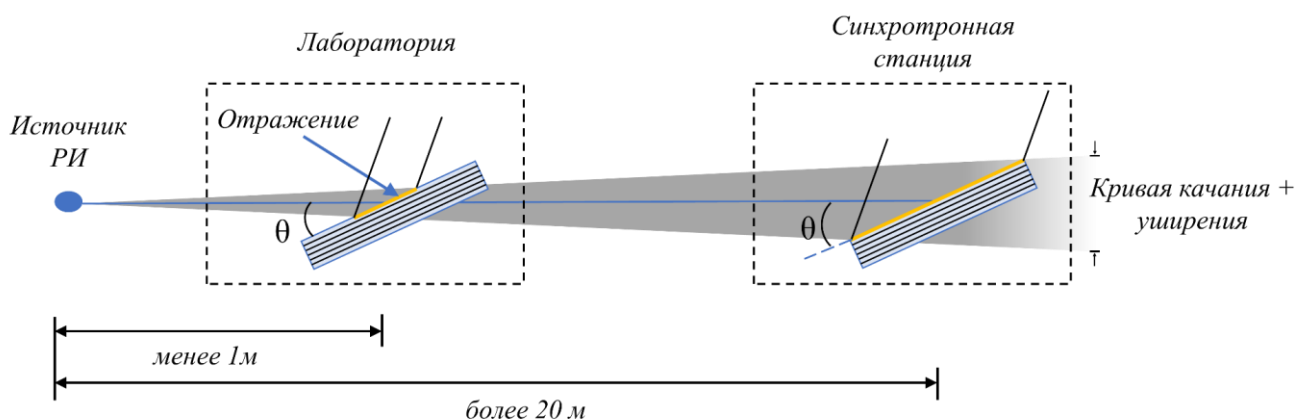


Рис. 4.2. Сравнение размеров областей, внутри которых происходит отражение излучения, генерируемого лабораторными и синхротронными источниками.

По расположению падающего и отраженного лучей относительно образца разделяют две геометрии – Брэгга и Лауэ. В первом случае оба луча находятся по одну сторону исследуемого объекта, как при отражении от зеркальной поверхности. Во втором – дифрагированный луч проходит сквозь образец и выходит с другой стороны.

Существует множество механизмов возникновения дефектов в кристалле. Но все они приводят к локальному нарушению порядка расположения атомов в решетке, в результате чего происходит разориентация кристаллографических плоскостей и изменение межплоскостного расстояния. Дефекты можно классифицировать по геометрическому принципу на точечные (вакансии, межузельные включения), линейные (дислокации), поверхностные (дефекты упаковки, границы зерен) и объемные (поры, трещины). Топография позволяет определять форму и размер дефектных областей. Кроме того, в силу искажений кристаллической решетки отражение от данных областей будет происходить под другими углами Брэгга. Влияние искажений решетки на дифракцию описывается параметром локального отклонения отражающих плоскостей решетки от точного брэгговского положения:

$$\delta\theta = \frac{\delta d}{d} \operatorname{tg}\theta + \delta\varphi, \quad (4.5)$$

которая является суммой компонентов наклона отражающих плоскостей в плоскости дифракции $\delta\varphi$ и изменения угла Брэгга θ из-за относительного изменения величины межплоскостного расстояния $\delta d/d$.

Для регистрации топограмм было разработано множество методов, таких как: Берга-Баррета, Шульца, Фудживара, Бормана и Ланга. Все они отличаются геометрией распространения пучка от источника до детектора и имеют свои особенности. Однако во всех лабораторных исследованиях, представленных в следующих параграфах, будет использоваться только однокристалльная топография ввиду простоты реализации.

4.2. Исследование алмазных монохроматоров и делителей пучка для синхротронов 4-го поколения

Новое поколение «дифракционно-ограниченных» источников 4-го поколения на базе магнитной структуры «multi-bend achromat» обладает экстремальной яркостью, что необходимо для новых приложений, требующих высокой когерентности излучения или пучков нанометрового размера. При этом задача сохранения когерентных свойств пучка не может быть полностью решена с помощью оптики, используемой сегодня на установках 3-го поколения. На сегодняшний день кремниевая оптика широко используется на рентгеновских источниках ввиду наличия хорошо отработанных методов роста кристаллов и их обработки. Однако, сравнивая свойства материалов, наиболее подходящим для рентгеновской оптики является алмаз. Он обладает меньшим поглощением, тепловым расширением и большей теплопроводностью. Среди преимуществ использования алмаза для монохроматизации излучения на источниках 4-го поколения следует отметить: 1) меньшее количество искажений волнового фронта по сравнению

с кремниевой оптикой при сильно локализованном тепловом воздействии; 2) лучшая угловая стабильность алмазных монохроматоров с водяным охлаждением по сравнению с кремниевыми монохроматорами, охлаждаемыми жидким азотом [88]; 3) меньшее поглощение по сравнению с кремнием, что позволяет использовать алмаз для деления пучка на несколько синхротронных станций [89].

Пластины из алмаза с ориентацией (111) наиболее значимы для дифракционной рентгеновской оптики благодаря широкой полосе пропускания брэгговских отражений {111} и высокой интенсивности отраженного пучка, соизмеримой с кремнием [90,91]. Следует отметить, что для источников 3-го поколения Лауэ-геометрия на данный момент является стандартной для алмазных монохроматоров, так как это дает возможность уменьшить проекцию пучка на кристаллах с неоднородной кристаллической структурой. Недостатком такого выбора является неизбежная деградация фазового пространства пучка из-за дисперсии в Лауэ геометрии. Но, несмотря на это, эффекты, связанные с уменьшением интенсивности когерентного излучения и увеличением эффективного размера источника, слишком малы по сравнению с эмиттансом электронного пучка и могут не приниматься во внимание на источниках 3-го поколения. Однако для источников 4-го поколения и лазеров на свободных электронах это недопустимо, поэтому для сохранения когерентности должна быть использована геометрия Брэгга.

Процесс развития технологий, связанных с выращиванием кристаллов алмаза высокого качества с бездефектными и не имеющими напряжений областями площадью более $2 \times 2 \text{ мм}^2$, достаточно медленный. Монокристаллы алмаза большого размера могут быть выращены в условиях высокого давления и температуры с помощью специальных устройств [92–94]. В зависимости от концентрации азота алмаз можно разделить на несколько типов: содержащий азот (тип I) и безазотный (тип II) с содержанием азота менее чем 1 ppm. Тип I, в свою очередь, делится на тип Ib с единичными изолированными друг от друга атомами азота (C-центры) и Ia, содержащий в себе агрегированные примеси с A и B центрами [95].

Монохроматоры и делители пучка должны обладать кристаллической структурой без дислокаций и деформаций [96]. В противном случае распределение интенсивности в плоскости поперечного сечения дифрагированного пучка может быть неоднородным. В предыдущем десятилетии были успешно синтезированы алмазные пластины с ориентацией (111) и бездефектной областью размером $5 \times 5 \text{ мм}^2$, которые были протестированы в геометрии Брэгга [97,98]. Также было продемонстрировано высокое качество пластин с ориентациями (001) и (111), вырезанных из большого монокристалла диаметром 12 мм [92]. Эти пластины были изготовлены из синтетического алмаза типа IIa (безазотного), ранее считавшегося единственным типом, подходящим для выращивания кристаллов с большими и однородными бездефектными участками [99]. Что касается азотосодержащих типов алмаза Ia и Ib, то существует не так много

работ, связанных с исследованием их рентгенодифракционных свойств. В одной из них было показано распределение деформаций внутри кристалла Ib путем измерения смещений кривой качания по его поверхности [100]. Смещение до $6''$ (29 мкрад) может быть связано с неравномерным распределением азота в кристалле. В другой работе было проведено картирование кривыми качания алмазных пластин с ориентацией (111), легированных азотом, в результате чего был обнаружен разброс в $1.5''$ (7.3 мкрад), связанный с включениями азота [101]. Однако причины несовершенства кристаллической решетки подробно описаны не были.

В настоящей работе было проведено исследование качества кристаллической структуры пластин из алмаза типа Ib толщиной 250 мкм. Кристаллы, из которых были получены пластины, выращивались под давлением $P = 5.7$ ГПа и при температуре $T = 1550$ °С с использованием $Ni_{0.7}Fe_{0.3}$ сплава в качестве растворителя. Процесс кристаллизации подробно описан в [102,103]. Полученные алмазы имели форму октаэдра коричнево-желтого цвета. При этом средняя скорость роста составляла 39 – 45 мкм/ч для верхних {111} плоскостей кристаллов массой 2.5 – 3.0 карат.

Далее от кристаллов были отколоты несколько (111) пластин площадью 3×3 мм². После этого они были отшлифованы механическим путем с обеих сторон с незначительными отклонениями от (111) плоскости. Тип и концентрация азотных включений были определены с помощью инфракрасной спектроскопии. В результате было обнаружено, что данные пластины обладают преимущественно включениями в виде изолированных друг от друга атомов азота (С-центры) с концентрацией порядка 100 – 150 ppm.

Лабораторные исследования.

Тестирование пластин на первоначальном этапе проводилось на базе комплекса «SynchrotronLike» с помощью рентгеновской топографии в геометрии Брэгга (Рис. 4.3). Отражение излучения производилось от плоскости (111), с углом Брэгга $\theta_{B(111)} = 18.99^\circ$. В качестве устройства, регистрирующего изображения, была выбрана камера Rigaku с объективом 2.5-х и эффективным размером пикселя 2.2 мкм. Мощность рентгеновского источника MetalJet была установлена равной 200 Вт, ускоряющее напряжение – 70 кВ, а размер источника по вертикали и горизонтали – 20×20 мкм².

Расстояние между источником и образцом L_1 составляло 375 мм, а между образцом и детектором L_2 – 20 мм. Небольшое расстояние L_2 позволило минимизировать размытие изображения, зависящее от размера источника S . Таким образом, пространственное разрешение оптической схемы было равно 4.5 мкм и ограничено разрешающей способностью камеры, так как параметр геометрического уширения δx , был равен 1 мкм.

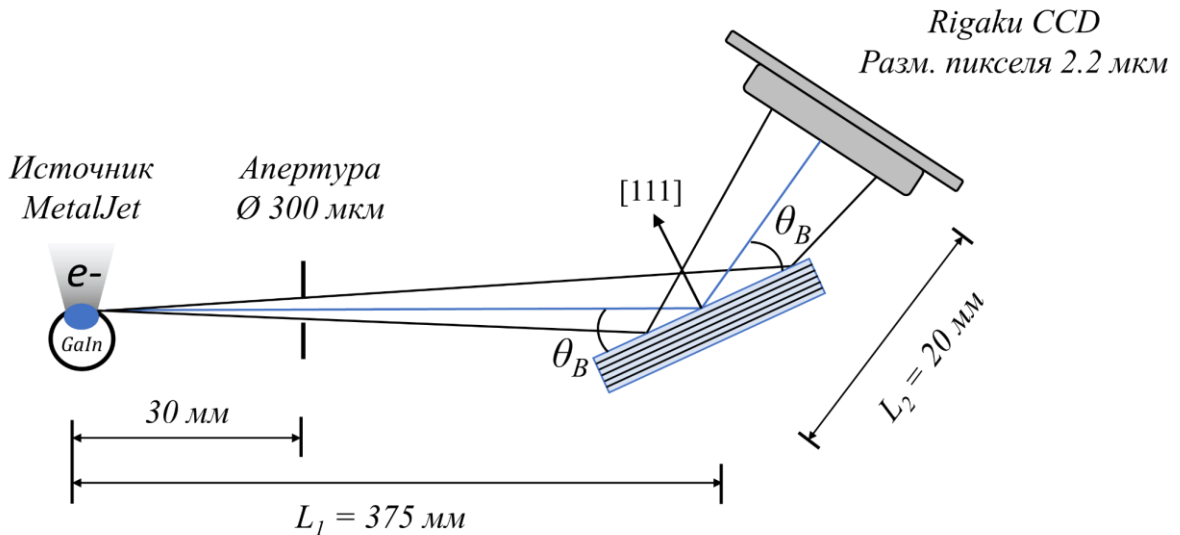


Рис. 4.3. Оптическая схема рентгеновской топографии алмазных пластин на лабораторном источнике.

В результате эксперимента было отобрано две пластины с наилучшим качеством кристаллической структуры. На топограмме первой пластины были выявлены дефекты, связанные с процессом обработки алмаза, а также дислокации, расположенные по краям образца (Рис. 4.4). При этом центральная часть оказалась бездефектной. Однако, если исследовать образец в оптическом микроскопе на просвет, то можно заметить, что центр пластины не выглядит таким совершенным. Это связано с тем, что глубина экстинкции для отражения 111 на данной энергии излучения всего 2.2 мкм. Таким образом, наблюдаемые в видимом диапазоне дефекты расположены на значительно большей глубине относительно поверхности пластины. Проанализировав топограмму и изображение из оптического микроскопа, было установлено, что размер бездефектной области первого кристалла составляет $1.7 \times 1.6 \text{ мм}^2$. У второй пластины, помимо царапин и дислокаций, наблюдаются сектора роста, а бездефектная область несколько больше и составляет $1.8 \times 2.3 \text{ мм}^2$.

Такой размер бездефектных областей может быть достаточным для использования данных пластин в качестве монохроматоров или делителей пучка. Расходимость синхротронного пучка, генерируемого источниками 3-го поколения для «high-beta» и «low-beta» секций, составляет $1 \times 10 \text{ мкрад}^2$ и $1 \times 100 \text{ мкрад}^2$ (В \times Г) соответственно [41]. Это означает, что на 20 м размеры поперечного сечения пучка будут равны $20 \times 200 \text{ мкм}^2$ и $20 \text{ мкм} \times 2 \text{ мм}$. Источники 4-го поколения генерируют пучки синхротронного излучения с гораздо меньшей расходимостью – порядка 10 мкрад, из-за чего размер поперечного сечения пучка на 20 м составляет всего $200 \times 200 \text{ мкм}^2$.

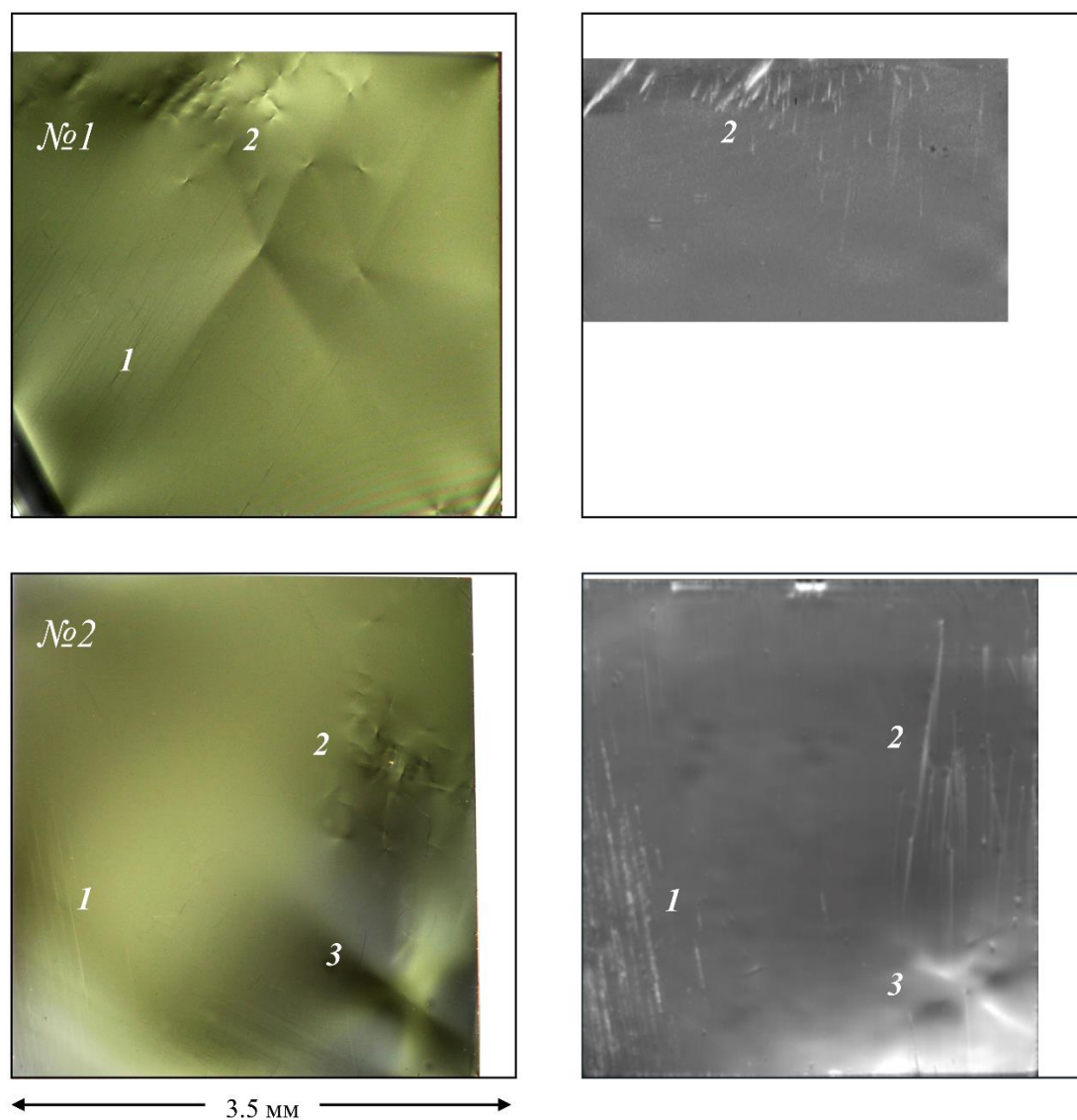


Рис. 4.4. Изображения алмазных пластин в оптическом микроскопе (слева) и их топограммы (справа). Цифрой 1 помечены царапины, цифрой 2 дислокации, а цифрой 3 сектора роста.

Синхротронные исследования.

Дальнейшее исследование алмазных пластин было произведено на станции Р01 синхротронного источника РЕТРАИИ. Данная станция обладает многокристальной системой монохроматизации, обеспечивающей энергетическое разрешение в диапазоне 1 мэВ – 1 эВ ($\Delta E/E \sim 10^{-7}$). Метод исследования на синхротроне был аналогичен методу, использованному в лаборатории, за тем исключением, что при повороте образца с каждого пикселя детектора снималась кривая качания. После этого составлялась карта ширины кривых качания (FWHM) для каждого пикселя детектора и карта центров масс данных кривых (COM), характеризующая их угловой разброс по площади образца. Оптическая схема станции представлена на рисунке 4.5.

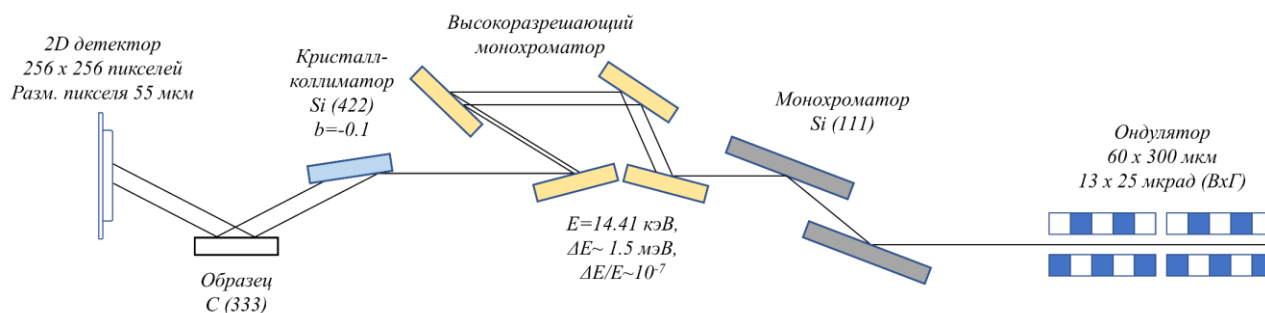


Рис. 4.5. Оптическая схема станции P01 PETRAIII.

Излучение генерировалось двумя ондуляторами длиной по 5 м каждый, с расходимостью пучка 13×25 мкрад² и размером источника 60×300 мкм² (FWHM) по вертикали и горизонтали соответственно. Сперва пучок проходил через двухкристальный кремниевый Si (111) монохроматор для предварительной монохроматизации. Затем излучение дополнительно монохроматизировалось четырьмя кремниевыми Si (400) кристаллами. В ходе эксперимента использовалась энергия, равная 14.41 кэВ, со спектральной шириной $\Delta E \sim 1.5$ мэВ. После монохроматора для увеличения площади поперечного сечения пучок направлялся на кремниевый Si (422) кристалл-коллиматор с параметром асимметрии $b = -0.1$. Размер проекции пучка на поверхности исследуемых пластин составлял 11 мм вдоль и 2 мм поперек оптической оси, а угол расходимости пучка на выходе из коллиматора – 0.7 мкрад. Образцы устанавливались на горизонтальную платформу, а излучение отражалось от них в вертикальной плоскости. Благодаря этому не было необходимости закреплять образцы с помощью зажимов или клея, что исключало возникновение дополнительных напряжений в образце. Пластины были исследованы в отражении 333 с углом Брэгга $\theta_{V(333)} = 38.84^\circ$ в связи с тем, что угол падения пучка на платформу по отношению к горизонтальной плоскости составлял 45 градусов. Изображения брэгговских рефлексов регистрировались в процессе углового сканирования образцов с шагом 0.17 мкрад на двумерный лямбда-детектор X-Spectrum с разрешением 256×256 пикселей, где размер одного пикселя был равен 55 мкм.

Сперва были получены интегральные кривые качания со всей площади образцов, а также было произведено их сравнение с теоретической кривой Дарвина и моделью, учитывающей расходимость пучка и спектральную ширину излучения (Рис. 4.6). Теоретическая кривая для отражения 333 алмаза при энергии 14.41 кэВ обладает шириной 2.13 мкрад, а кривая, полученная в результате моделирования – 2.53 мкрад. Ширина экспериментальных кривых качания для пластин 1 и 2 была равна 3.65 мкрад и 5.23 мкрад соответственно. Такое уширение экспериментальных кривых связано с наличием дислокаций и внутренних напряжений кристаллической структуры образцов.

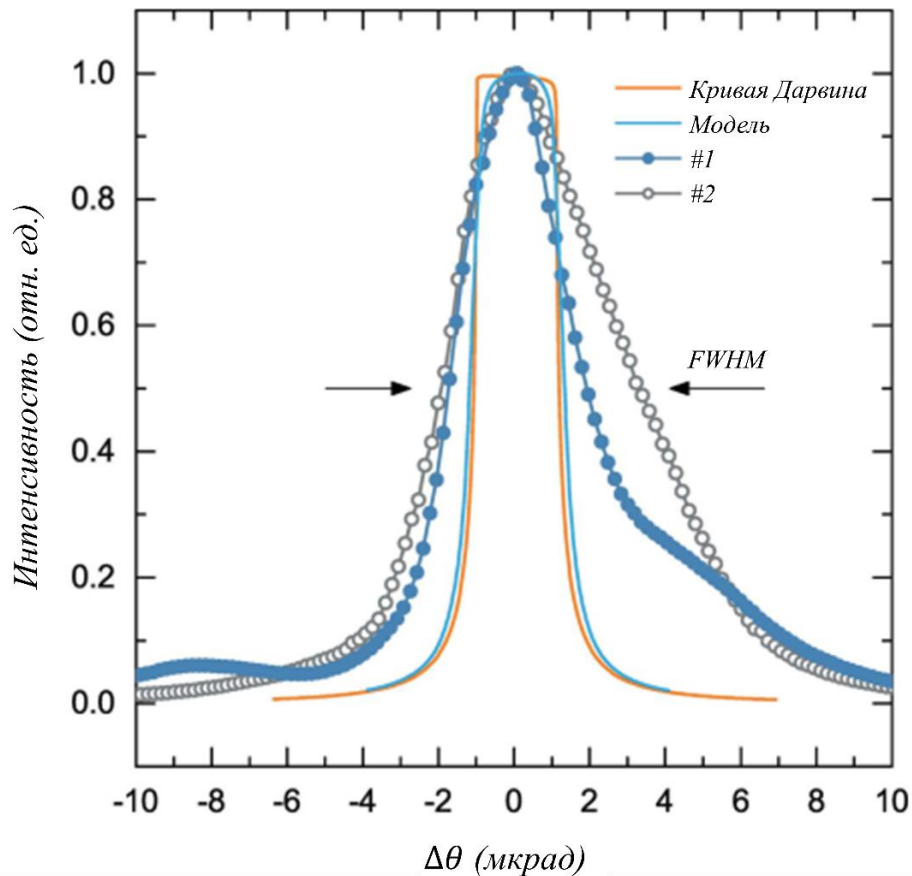


Рис. 4.6. Графики интегральных кривых качания алмазных пластин и их сравнение с теоретической кривой Дарвина и кривой, смоделированной с учетом расходимости пучка и спектральной ширины линии излучения.

Карты ширин кривых качания (FWHM) и их центров масс (COM) представлены на рисунке 4.7. Карта FWHM характеризует качество кристаллической структуры пластин, в то время как COM карта отображает наличие внутренних напряжений и деформации кристалла. На карте FWHM первого кристалла ширина кривых качания находится в диапазоне 1.9 мкрад – 5.2 мкрад. Наибольшие значения наблюдаются в левом нижнем углу и вокруг областей дислокаций. Необходимо отметить, что значения, равные 3 – 3.5 мкрад, соответствуют напряжениям, возникшим в результате полировки образца, в то время как значения более 3.5 мкрад – дефектам и дислокациям в кристалле. На COM карте первого кристалла угловой разброс центров масс в бездефектной области равен 1.15 мкрад. В областях с дефектами и дислокациями разброс гораздо больше и составляет 10 мкрад и 4 мкрад соответственно. На данных картах можно наблюдать дефекты, которые не были видны на топограммах, полученных в лаборатории, но были видны в оптическом микроскопе. Это связано с тем, что для отражения 111 глубина экстинкции равна 2.2 мкм, в то время как для отражения 333 данный параметр составляет 16.5 мкм. Таким образом,

регистрация отражения более высокого порядка позволила исследовать дефекты, находящиеся на большей глубине относительно поверхности кристалла.

Переходя к анализу карт, полученных со второго кристалла, следует отметить, что разброс ширин кривых качания на FWHM карте второго кристалла аналогичен разбросу на FWHM карте первого и равен 1.9 – 5.6 мкрад. Наибольшие значения порядка 5.2 мкрад расположены в правом нижнем углу вблизи секторов роста. Однако угловой разброс центров масс на COM карте в бездефектной области второго кристалла несколько больше, чем у первого, и составляет 1.5 мкрад.

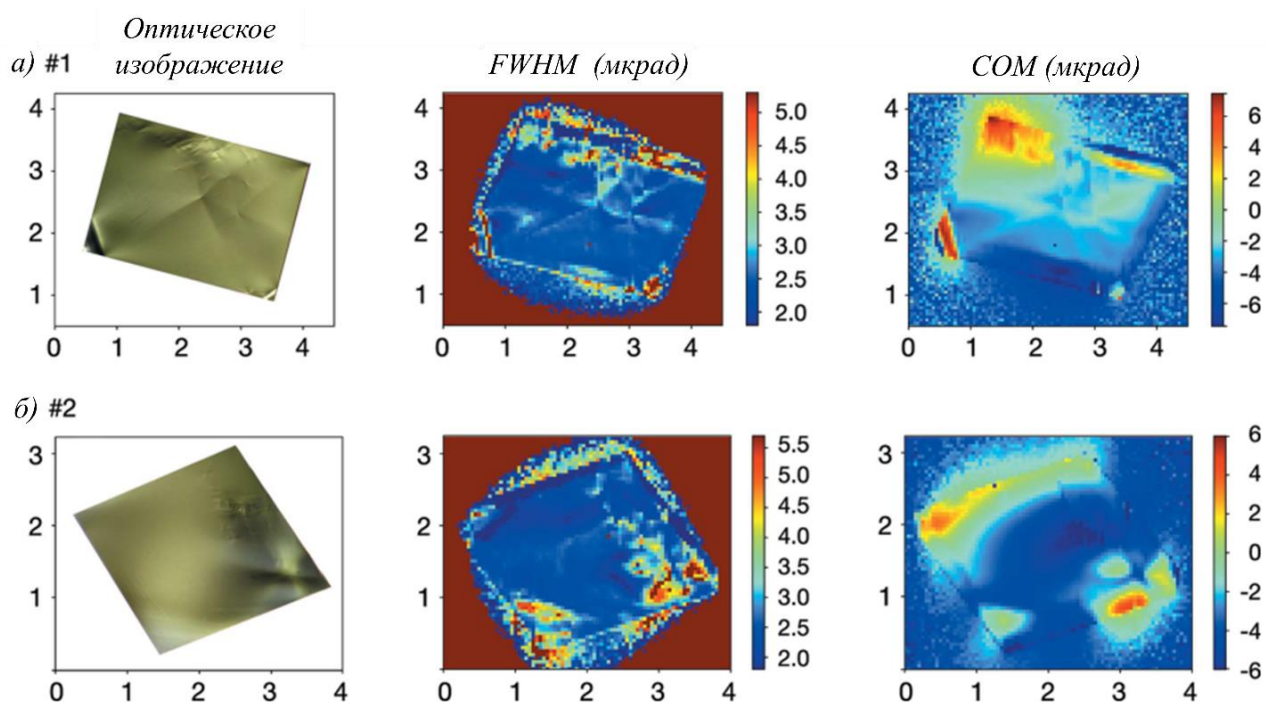


Рис. 4.7. FWHM и COM карты первого и второго кристаллов, соотнесенные с изображениями с оптического микроскопа. Градуировка изображений выполнена в миллиметрах, а цветовая шкала – в микро радианах.

Для более детального анализа качества кристаллической структуры были получены кривые качания с трех точек каждой из пластин (Рис. 4.8): с центра пластины (точка 1), с дефектной области (точка 2) и с области с наименьшей шириной кривой качания (точка 3). У первой пластины в точке 1 кривая качания имеет симметричную форму без каких-либо искажений. При этом её ширина (FWHM) составляет 2.56 мкрад, что соответствует теоретическому значению. В точке 2 кривая качания уже несколько шире (FWHM = 3.57 мкрад) и имеет два пика, что является результатом полировки кристалла. В третьей точке ширина кривой качания меньше теоретической и составляет 1.97 мкрад. Это может быть связано с небольшими искажениями

ячейки кристаллической решетки, общей мозаичностью кристалла и искривлением её поверхности, что привело к возникновению множественных дифракционных эффектов [104].

В точке 1 второго кристалла кривая качания обладает симметричной формой и шириной 2.4 мкрад. Однако в точке 2 форма кривой более сложная, с несколькими пиками, а её ширина практически в два раза больше теоретической. Это говорит о том, что данная дефектная область не может быть использована как рабочая область монохроматора. В точке 3 с наиболее узкой кривой качания ширина составила 2.03 мкрад, что примерно равно ширине, полученной этой же точке первого кристалла.

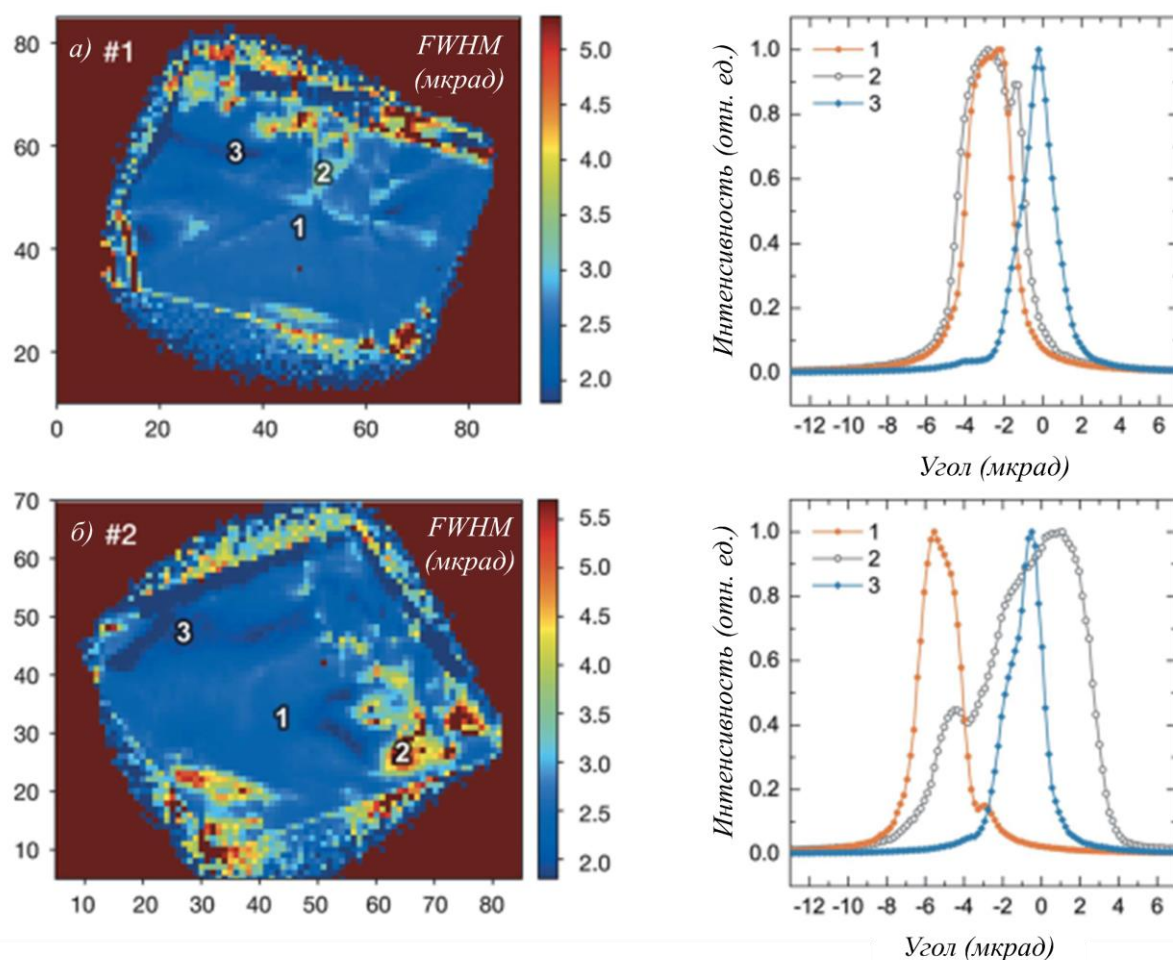


Рис. 4.8. FWHM карты двух алмазных пластин и кривые качания, снятые с трех отмеченных на картах точек: с центра (точка 1), с дефектной области (точка 2) и с области с наименьшей шириной кривой качания (точка 3).

На следующем этапе обработки данных был уменьшен диапазон отображаемых кривых качания на FWHM картах с шириной в диапазоне до 1.9 – 4.0 мкрад. Таким образом, с карт были удалены области с сильными искажениями кристаллической решетки. Затем, используя новый диапазон, был произведен расчет среднеквадратичного значения (RMS) и стандартного

отклонения ширины кривой качания для обоих кристаллов. Данные значения оказались равны 2.60 ± 0.38 мкрад и 2.64 ± 0.45 мкрад для кристалла 1 и 2. При этом размер области со стандартным отклонением 0.5 мкрад от теоретического значения ширины кривой качания у первого кристалла составил 1×2.2 мм², а у второго – 1×1.6 мм². Если снизить требования к рентгенооптическим свойствам изготовленных пластин, увеличив величину отклонения до 1 мкрад, то размеры рабочих областей равны 1.5×2.8 мм² для первого кристалла и 1.4×1.7 мм² для второго. На рисунке 4.9 данные области отмечены желтыми прямоугольниками.

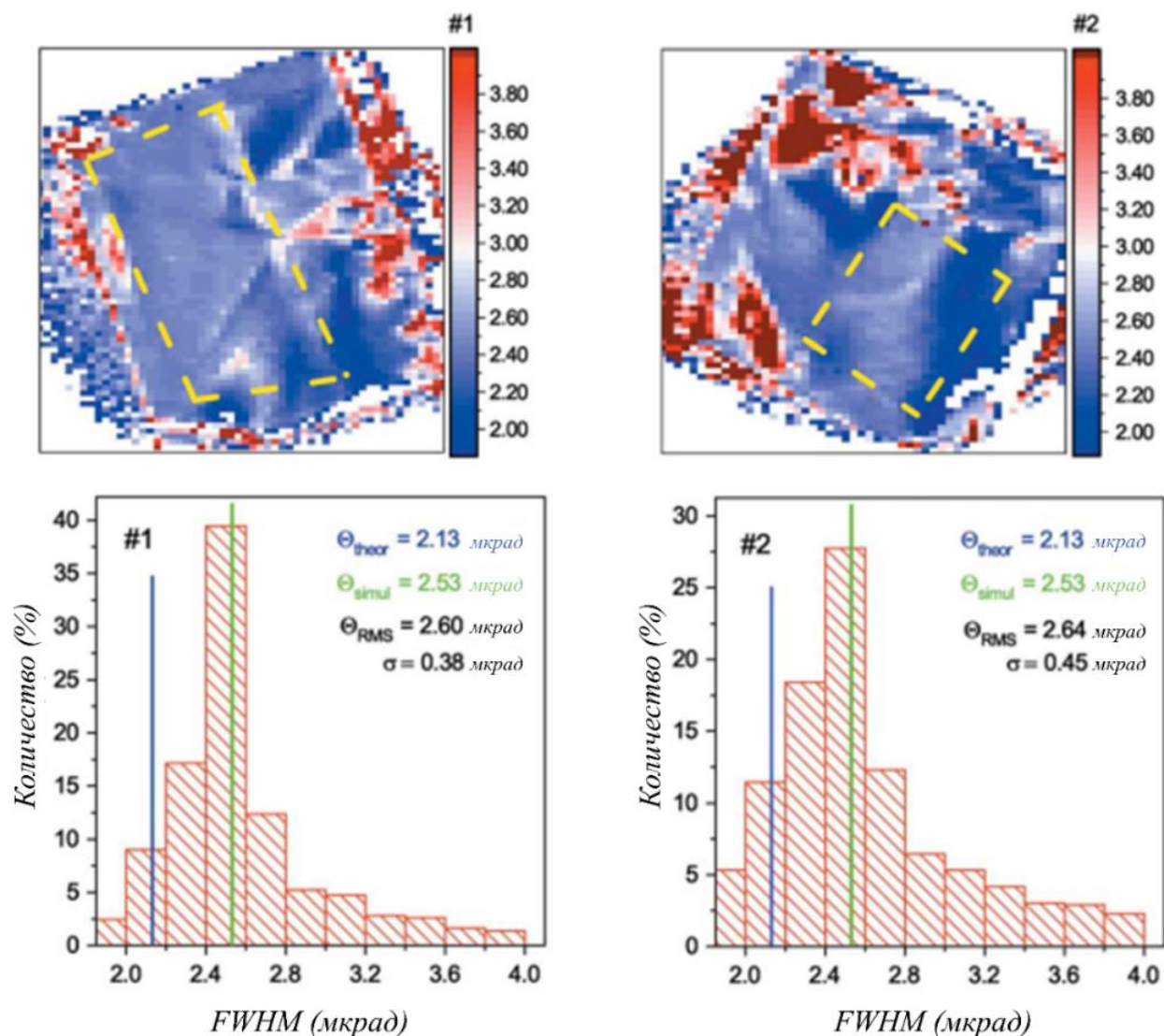


Рис. 4.9. FWHM карты кривых качания и гистограммы распределения ширин кривых качания алмазных пластин с ограниченным диапазоном значений от 1.9 мкрад до 4.0 мкрад. Желтыми прямоугольниками на картах отмечены области с отклонением ширины кривой качания не более 1 мкрад от теоретического значения. Синей линией на гистограммах обозначено значение ширины теоретической кривой качания, а зелёной – значение ширины кривой, полученной в результате моделирования.

В результате, сравнения обеих пластин было показано, что первая обладает большей рабочей площадью, меньшим отклонением ширины интегральной кривой качания от теоретической, а также меньшим стандартным отклонением. Исходя из этого, первая пластина лучше подходит для использования в оптике в качестве рентгеновского монохроматора. Для улучшения качества изготавливаемых пластин необходимо усовершенствовать процесс полировки и процесс резки кристаллов.

4.3. Исследование алмазных преломляющих линз, изготовленных методом лазерной абляции

Уникальные свойства алмаза, описанные выше, также делают его перспективным материалом для изготовления преломляющей рентгеновской оптики, которую можно использовать в высокоинтенсивных пучках, генерируемых новыми источниками синхротронного излучения [9,105]. Однако процесс производства алмазных преломляющих линз содержит в себе множество трудностей, начиная от выращивания кристалла и заканчивая его микрообработкой, необходимой для получения параболической формы преломляющей поверхности. Например, применение технологии лазерной абляции фемто- и пикосекундными лазерами приводит к деградации качества обрабатываемой поверхности и возникновению графитизированного слоя с плотностью, отличной от плотности алмаза. Данные эффекты негативно сказывается на оптических свойствах изготавливаемых линз, приводя к искажениям, наблюдаемым при передаче изображения [106].

Оценка степени деградации преломляющей поверхности алмазных линз может быть произведена с помощью метода рентгеновской топографии. Данный метод был применен на комплексе «SynchrotronLike» при исследовании алмазной плосковогнутой линзы. Диаметр физической апертуры D был равен 1 мм, радиус кривизны $R = 200$ мкм, а толщина линзы составляла 600 мкм. Кристаллографическое направление $[100]$ параллельно оси вращения параболического профиля. Исследование полулинзы производилось в отражениях 400 и 220 в геометриях Брэгга и Лауэ соответственно. Углы Брэгга для этих отражений равны $\theta_{B(400)} = 48.72^\circ$ и $\theta_{B(220)} = 32.2^\circ$. Оптическая схема эксперимента аналогична схеме по топографии алмазных пластин, представленной на рисунке 4.3. Здесь выполнялось угловое сканирование с шагом 0.01° для образца (угол θ) и 0.02° для камеры (угол 2θ). Затем полученные изображения суммировались друг с другом для получения единой топограммы. Изображения рефлексов записывались на камеру Photonic Science с размером пикселя 6.5 мкм и временем экспозиции, равным 2 секунды (Рис. 4.10).

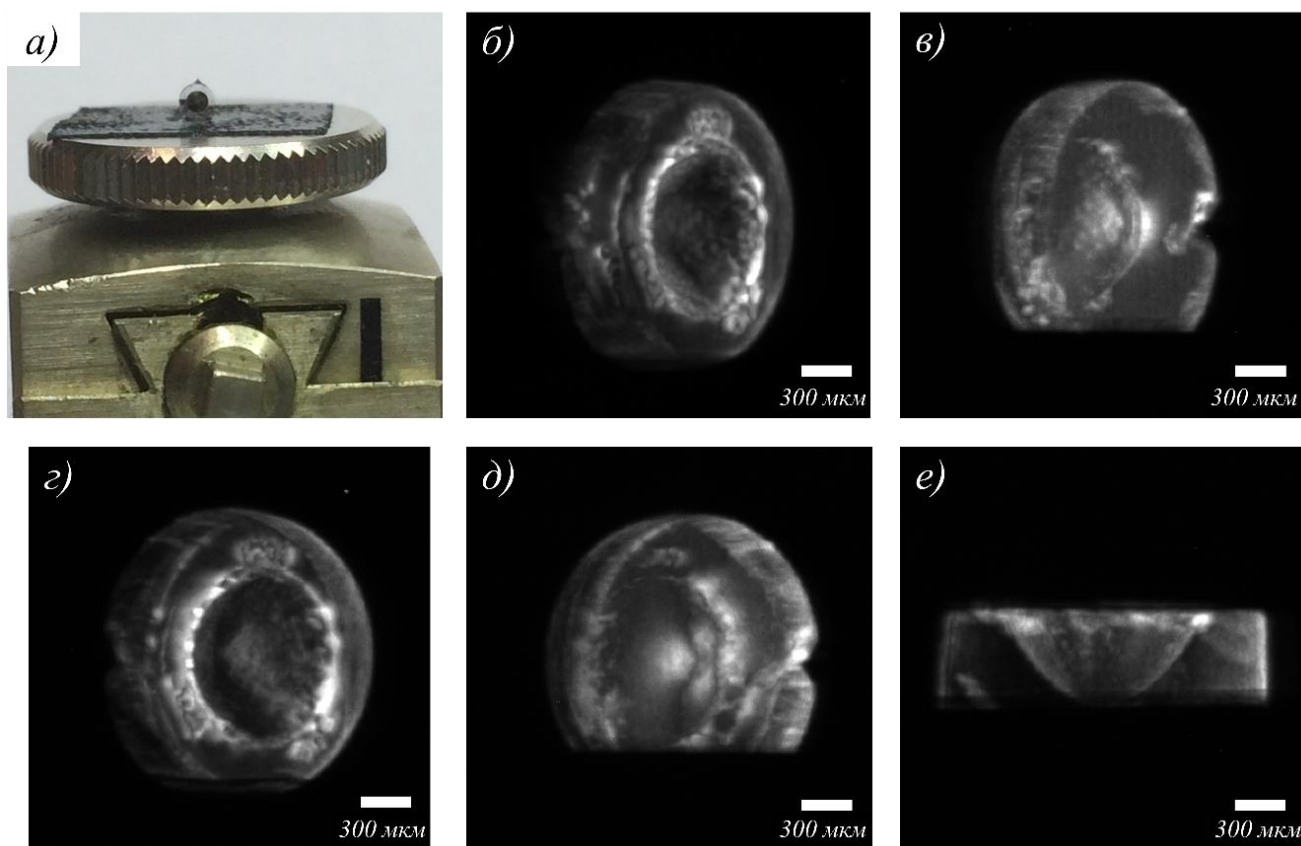


Рис. 4.10. (а) Фото алмазной рентгеновской линзы с радиусом кривизны 200 мкм. Линза закреплена на гониометрической головке. (б, г) Топограммы образца в отражениях 400 и 220, при которых апертура линзы направлена в сторону источника. (в, д) Топограммы в отражениях 400 и 220, при которых плоская сторона линзы направлена в сторону источника. (е) Боковая топограмма в отражении 220, которая отображает параболический профиль полулинзы.

Проанализировав полученные топограммы, можно сделать вывод о наличии большого количества дефектов в приповерхностном слое параболического профиля линзы. Для получения информации об их размере на основе отдельно взятых изображений рефлексов 400 и 220 были построены трехмерные карты и профили распределения интенсивности (Рис. 4.11 (а, б)). Исходя из них, характерный размер дефектов составил 40 – 100 мкм. Следует отметить, что внутри отмеченных красным прямоугольником областей могут присутствовать дефекты и меньшего размера (менее 20 мкм), которые не были зарегистрированы камерой ввиду ограниченного пространственного разрешения. Несмотря на это, полученных данных достаточно, чтобы сделать вывод о необходимости дополнительной обработки для улучшения качества преломляющей поверхности с целью предотвращения возникновения aberrаций при использовании линзы как при фокусировке рентгеновского излучения, так и в качестве объектива. Различные способы

улучшения качества поверхности структур из алмаза подробно описаны в работах [107,108], а самих линз – в [106,109,110].

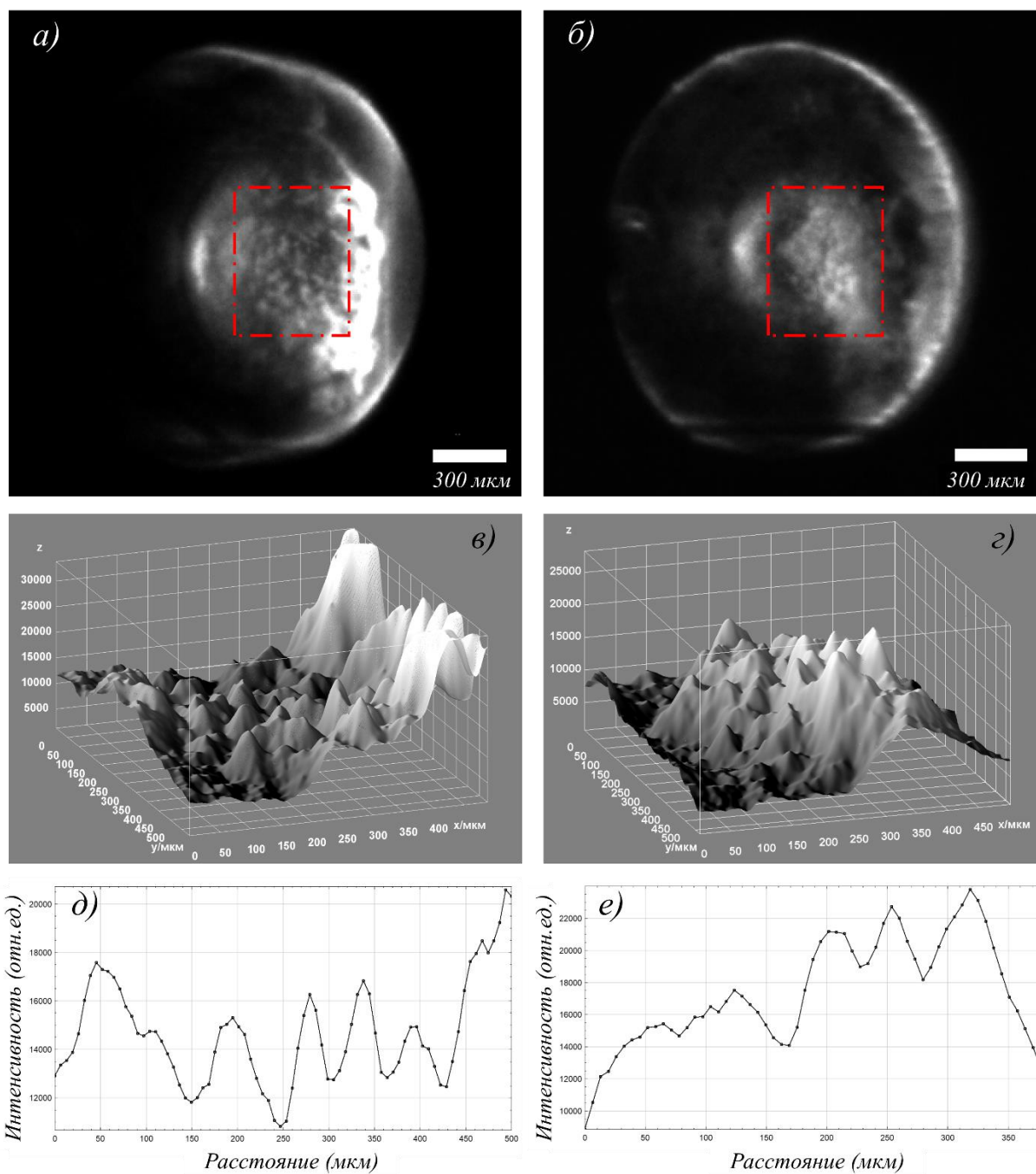


Рис. 4.11. (а, б) Отражения 400 и 220 от преломляющей поверхности линзы. (в, г) Трехмерные карты распределения интенсивности внутри области, отмеченной красным прямоугольником на изображениях (а) и (б). (д, е) Профили распределения интенсивности.

4.4. Исследование алмазных наковален

Физика высоких давлений является быстро развивающейся междисциплинарной областью науки. В ней изучаются свойства материалов в зависимости от оказываемого на них давления, под воздействием которого изменяются структурные [111], электрические [112] и магнитные [113] свойства вещества. В ходе экспериментов удается находить новые свойства у уже известных материалов, а также моделировать условия в центре Земли и других небесных тел [114,115]. Поэтому получаемые в данном научном направлении результаты играют важную роль в физике конденсированного состояния, материаловедении, химии и геологии.

Высокие статические давления создаются с использованием различных устройств: от многотонных прессов [116] до компактных ячеек с алмазными наковальнями (DACs) [117,118]. Последние являются рекордсменами в данной области – с их помощью удается достичь давлений порядка 1 ТПа [75]. Главной отличительной особенностью этих устройств является использование очень маленьких образцов, чей размер может достигать нескольких микрометров. Образцы помещаются между двумя кристаллами алмаза (наковальнями) внутри отверстия в пластинке, которые вместе образуют герметичную компрессионную камеру. Для более комплексного исследования образцы в ячейках дополнительно нагревают [76], охлаждают [119], помещают в сильное магнитное поле [120] или подключают к ним электроды [121]. Это позволяет варьировать сразу несколько параметров воздействия и изучать такие явления, как фазовые переходы или сверхпроводимость.

Тем не менее процесс получения результатов содержит в себе множество трудностей еще на этапе подготовки образца и ячейки. Сюда входит подбор вещества, которым заполняется ячейка, конструкции самой ячейки и наковален (плоских, конических или тороидальных) [122,123]. Как известно из общего курса физики, давление является отношением силы к площади воздействия. Площадь воздействия, в свою очередь, определяется диаметром кончика алмазных наковален, который может находиться в диапазоне от десятка до нескольких сотен микрометров, что обеспечивает высокие компрессионные нагрузки на образец [124]. Следует учитывать, что дефекты кристаллической структуры в наковальнях из монокристаллического алмаза могут привести к их преждевременному разрушению во время эксперимента [124]. Хотя для отбора наковален обычно используется двулучепреломление, метод рентгеновской топографии позволяет выявить практически все виды кристаллических дефектов и деформаций [125].

В работе [125] рентгеновская топография в белом пучке была использована для того, чтобы показать, какие дефекты кристаллической структуры в алмазных наковальнях являются наиболее критичными при использовании гелия в качестве среды, передающей давление, которым заполняется камера с образцом. Гелий является хорошей гидростатической средой для

исследований сверхвысокого давления, но он негативно влияет на прочность наковален [126,127]. Результаты рентгенотопографических наблюдений подтверждают, что алмазные наковальни, содержащие кристаллографические дефекты, такие как дислокации, с большей вероятностью разрушатся, находясь под высоким давлением в контакте с гелием [125]. Рентгеновская топография также использовалась для выявления корреляции между качеством кристаллической структуры наковален и давлениями, которые были достигнуты впоследствии [128]. Топограммы регистрировались не только вдоль оси сжатия, но и ортогонально, выявляя распределение дефектов в зависимости от глубины. Наковальня с самым низким качеством на кончике испытала более сильную пластическую деформацию, в то время как две другие наковальни с более высоким качеством выдержали более высокое давление, не проявив никаких идентифицируемых дефектов, вызванных пластической деформацией. Для построения трехмерных изображений кристаллической структуры наковален может быть использована 3D рентгеновская топография или так называемая топо-томография. В работе [129] данный метод был использован для исследования наковален из природного алмаза до и после воздействия сверхвысокого давления (до 99,4 ГПа).

Очевидно, что для исследования наковален из монокристаллического алмаза методом рентгеновской топографии целесообразнее использовать синхротронные источники ввиду высокой интенсивности излучения и возможности подбора её энергии [130]. Однако доступность синхротронных источников для рядового пользователя сильно ограничена из-за высокой конкуренции между исследовательскими группами, а также наличия строгих временных рамок, внутри которых необходимо выполнить исследование. Это вынуждает развивать лабораторные исследования, которые широко применяются для топографии монокристаллических алмазов [131–135]. Таким образом, практически неограниченный доступ к лабораторным источникам рентгеновского излучения и более низкие эксплуатационные расходы частично компенсируют низкую яркость рентгеновских трубок.

В данном параграфе представлены результаты использования комплекса «SynchrotronLike» в исследовании дефектов кристаллической структуры алмазных наковален. В качестве образца использовалась тороидальная наковальня, изготовленная из CVD-алмаза типа IIa (Рис. 4.12). Калетта наковальни была выполнена в виде усеченной 8-угольной пирамиды с основанием 260 мкм и кончиком 20 мкм. Кристаллографическое направление [100] было сонаправлено с кончиком наковальни.

Топограммы наковальни были получены в двух отражениях. В первом случае наковальня исследовалась в отражении 400 с $\theta_{B(400)} = 48.72^\circ$. Расстояние от источника до наковальни L_1 составляло 375 мм, а от наковальни до камеры L_2 – 17 мм (Рис. 4.13). Поскольку размер рентгеновского источника составлял 20×20 мкм², параметр геометрического уширения δx_s в

данной конфигурации был равен 1 мкм. Для упрощения юстировки оптической схемы была использована камера Photonic Science, установленная в прямом пучке на расстоянии $L_3 = 265$ мм за наковальней. Для коллимации рентгеновского пучка на расстоянии 30 мм от источника была размещена апертура диаметром 1 мм. Она ограничивала диаметр падающего на образец пучка до 12.5 мм. Мощность и ускоряющее напряжение электронной пушки были равны 200 Вт и 70 кВ соответственно, что обеспечивало максимальную интенсивность излучения. Для получения информации о дефектах по всей площади образца был получен набор изображений с помощью углового сканирования θ - 2θ . Шаг сканирования составлял 0.025° для образца и 0.05° для камеры. Изображения записывались с помощью камеры Rigaku с объективом 2.5-х и временем экспозиции 80 мин на каждом шаге. Для исследования кончика наковальни шаг сканирования для углов θ и 2θ был уменьшен до 0.01° и 0.02° соответственно. Камера Rigaku при этом была оснащена объективом 10-х. Время экспозиции для каждого шага составляло 180 мин.

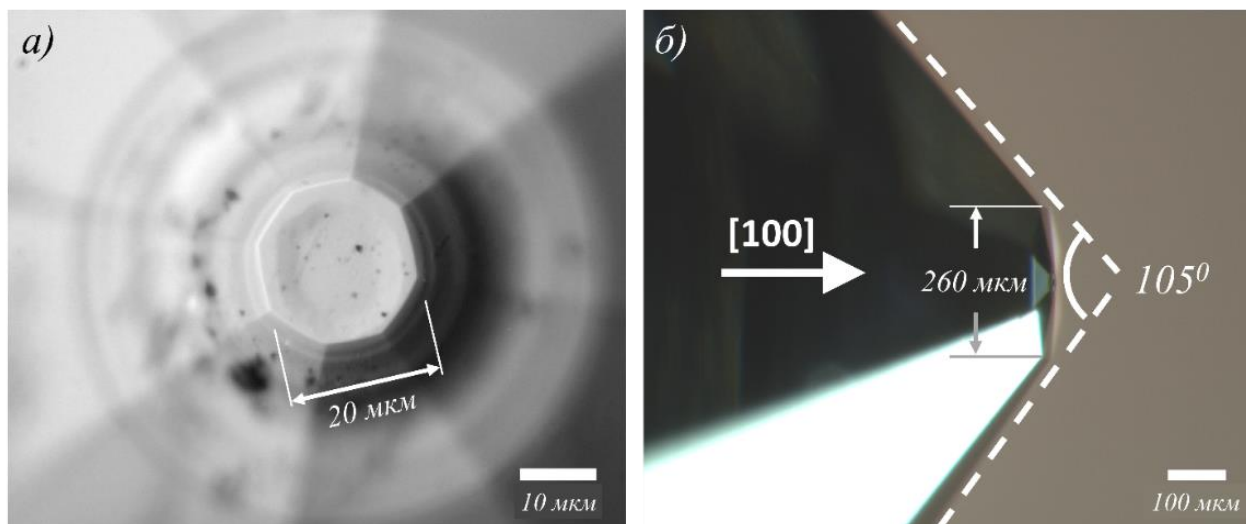


Рис. 4.12. Изображения кончика наковальни сверху (а) и сбоку (б) с различным увеличением.

Изображение (а) было снято в конфокальном микроскопе ZEISS Axio Imager.A2m, а изображение (б) в стереомикроскопе ZEISS SteREO Discovery V.20.

Исследования наковальни проводились также в отражении 111, для которого углы θ и 2θ составляли 18.99° и 38° соответственно. Расстояние L_1 и параметры источника остались неизменными, а расстояние L_2 было увеличено до 43 мм, чтобы исключить засветку камеры прямым пучком. С этой же целью на расстоянии 130 мм от источника были установлены дополнительные двухкоординатные щели размером 600×700 мкм² (Г × В). Благодаря этому размер пучка на образце был практически равен размеру наковальни (1.7×2 мм²). Для этих расстояний L_1 и L_2 параметр геометрического уширения δx_s составил 2.3 мкм.

В случае отражения 111 дифрагированный луч, прежде чем попасть на камеру, проходит через саму наковальню (геометрия Лауэ). Поэтому его интенсивность оказалась в 6 раз ниже, чем в случае отражения 400, что привело к более длительной экспозиции. Например, θ -2 θ сканирование наковальни с тем же шагом, что и для отражения 400, заняло бы более 60 ч. Эта проблема была решена путем использования тормозного излучения с более широким протяженным спектром. Для перехода от характеристической линии к тормозному излучению угол поворота образца θ был изменен на 0.5° . Благодаря этому удалось получить полную топограмму образца за один снимок с экспозицией 20 ч.

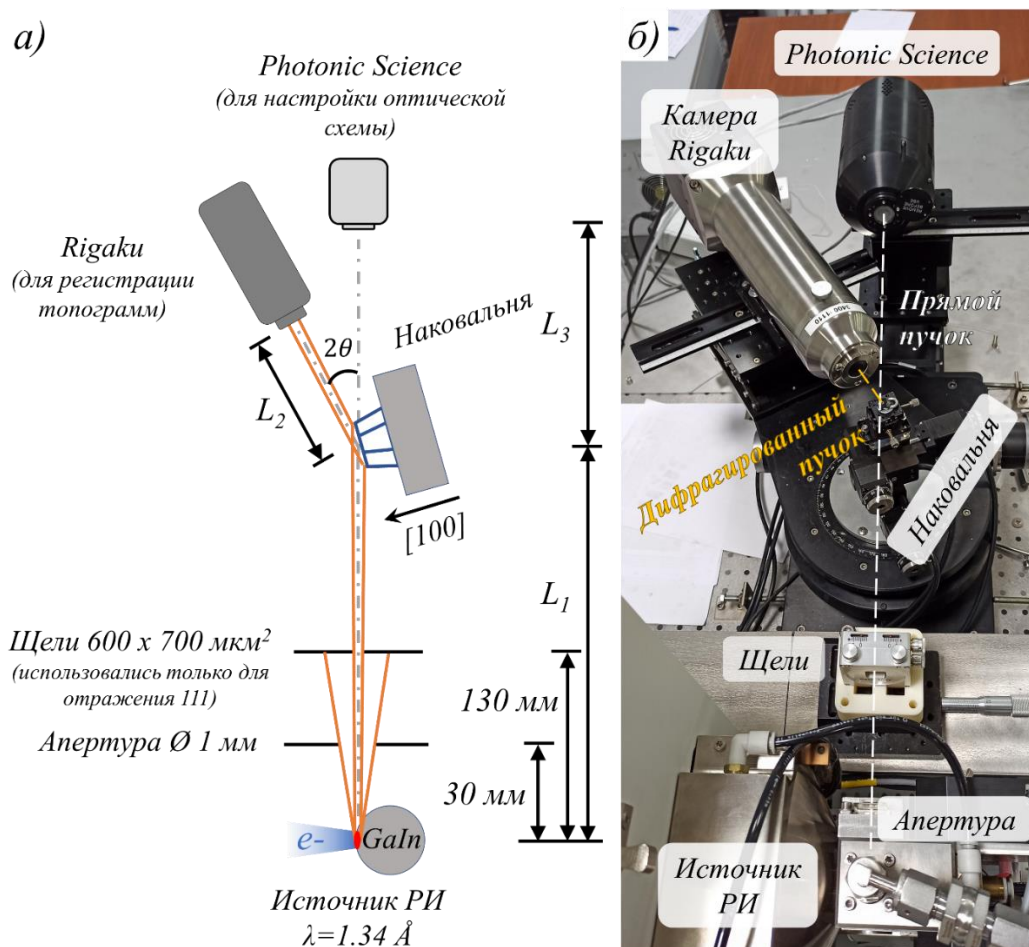


Рис. 4.13. Оптическая схема эксперимента по исследованию алмазной наковальни методом рентгеновской топографии (а) и её фото (б).

В результате действий, описанных выше, были получены топограммы от (100) и (111) кристаллических плоскостей, представленные на рисунке 4.14. На них были обнаружены такие дефекты, как полосы роста, отмеченные цифрами 1, 2, 3, и дислокация, отмеченная цифрой 4.

Исследование кончика наковальни проводилось в отражении 400 с большим увеличением, обеспечиваемым 10-кратным объективом камеры Rigaku. Это позволило провести исследование

данной области с лучшим пространственным разрешением около 1.5 мкм. В результате θ - 2θ сканирования было получено несколько изображений, которые представлены на рисунке 4.15 (а-г). На дифракционных изображениях видны полосы роста и прочие дефекты. Размер точечного дефекта, отмеченного черной стрелкой, составляет 13×10 мкм². Изгибы полос роста указывают на расположенную между секторами роста границу, которая проходит через кончик наковальни. Стоит отметить, что полосы роста на кончике наковальни параллельны кристаллическим плоскостям (001) и (010), а также полосам роста, отмеченным цифрами 1 и 2 на рисунке 4.14 (а). Тем не менее определить всю границу между секторами не является возможным. Это связано с тем, что все наблюдаемые дефекты расположены вблизи поверхности ввиду малой глубины экстинкции (~8 мкм).

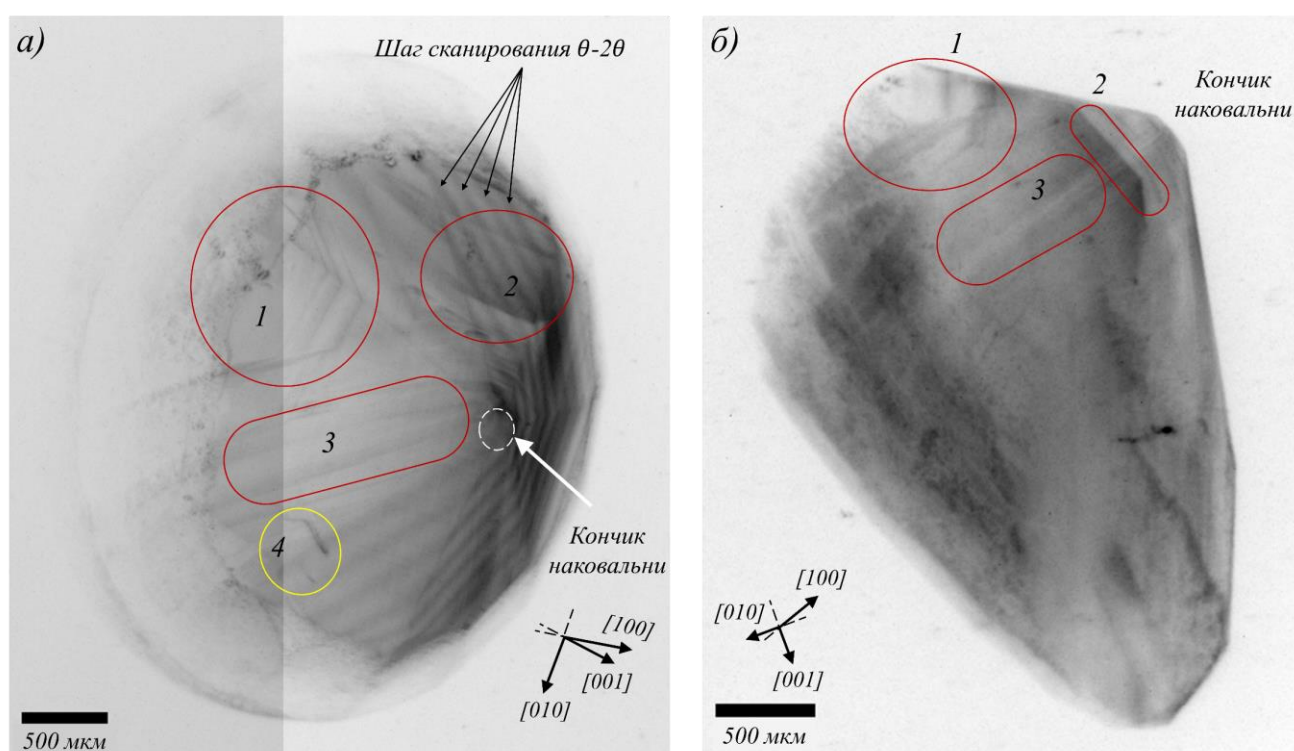


Рис. 4.14. (а) Топограмма алмазной наковальни в отражении 400 от кристаллической плоскости (100). Топограмма является результатом суммирования 10 изображений с экспозицией 80 минут, полученных в ходе углового сканирования по углам θ и 2θ . (б) Топограмма наковальни от кристаллической плоскости (111), полученная одним снимком от тормозной части спектра излучения. Регистрация изображения производилась на ту же камеру с тем же объективом с экспозицией 20 ч.

Спектр применений представленной оптической схемы в физике высоких давлений может быть значительно расширен. Для более комплексных исследований метод рентгеновской топографии может быть реализован в условиях высоких и сверхвысоких давлений и температур.

Таким образом можно будет наблюдать процессы деформации и разрушения монокристаллических алмазных наковален в процессе сжатия [136]. Это позволит получить информацию о характеристиках различных типов наковален (тороидальных, конических, плоских и т. д.) и влиянии дефектов кристаллической структуры на их прочность. Поскольку комплекс «SynchrotronLike» является лабораторной установкой, то ограничений по времени использования практически нет. Это позволяет собрать больше статистических данных, которые могут быть использованы для прогнозирования места и характера разрушения наковальни. Кроме того, данная оптическая схема может быть использована для изучения образцов внутри ячеек, где с помощью второй камеры, находящейся в прямом пучке, можно выбрать интересующую область для локальных дифракционных исследований [76].

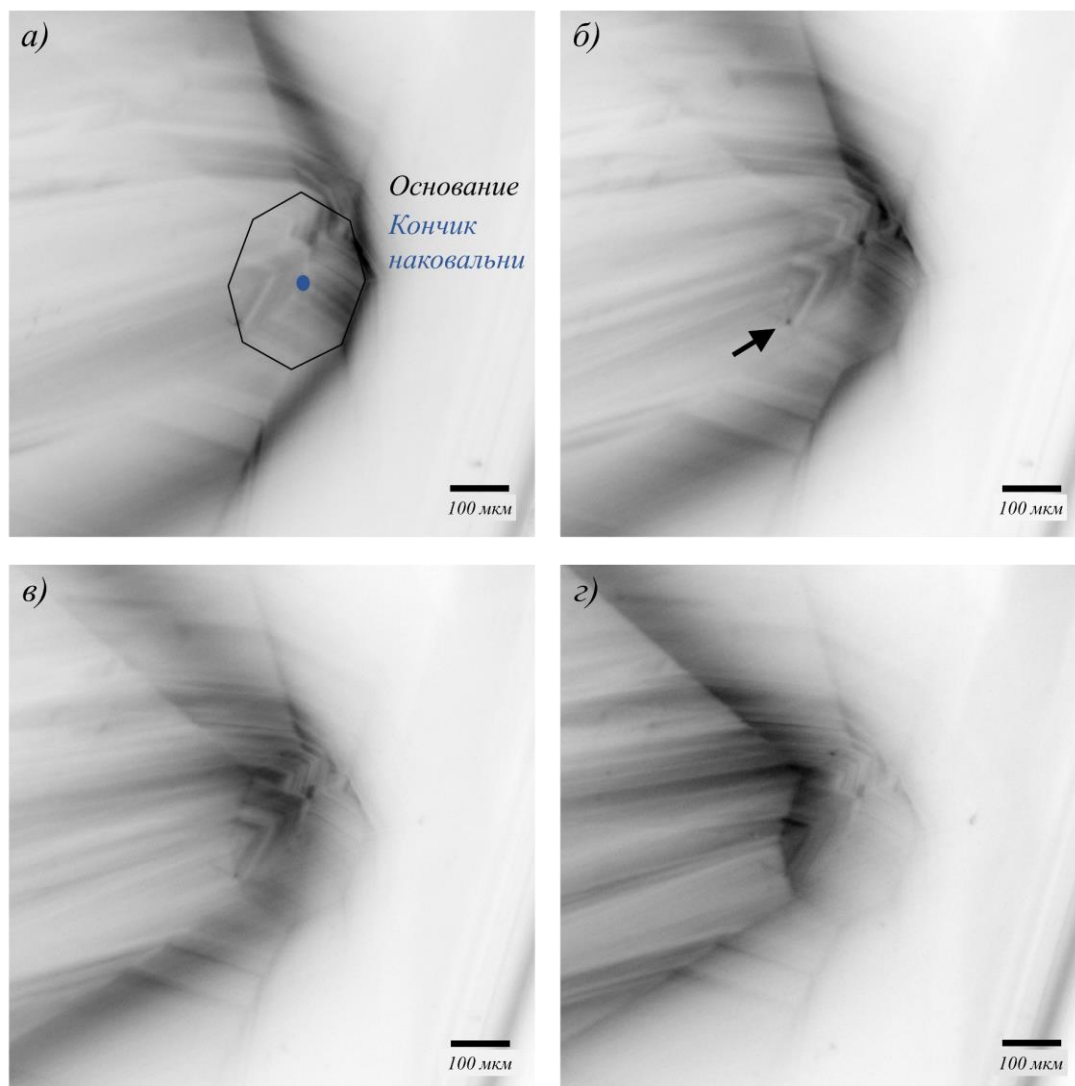


Рис. 4.15 (а-г) Изображения отражения 400 характеристической линии излучения Ga K α 1 рентгеновского источника от алмазной наковальни при разных углах θ и 2θ . Время экспозиции для каждого изображения – 3 ч.

Конструкция предложенной оптической схемы может быть усовершенствована для преодоления некоторых ограничений. Для улучшения чувствительности к искажениям кристаллической решетки в схему можно встроить кремниевый прорезной монохроматор. Для уменьшения поглощения рентгеновского излучения наковальнями можно использовать другой анод, обеспечивающий более высокую энергию характеристического излучения, равную 24 кэВ ($\text{InK}\alpha_1$). Увеличение энергии излучения также позволит уменьшить углы Брэгга, что облегчит регистрацию более высоких порядков дифракции. Поглощение также может быть уменьшено путем использования ячейки с боковым входом пучка, в которую рентгеновские лучи проходят между алмазными наковальнями через рентгенопрозрачную бериллиевую или аморфную борную пластину [137,138]. Пространственное разрешение оптической схемы может быть улучшено за счет использования рентгеновских камер с меньшим размером пикселя и рентгеновских трубок с меньшим размером источника (например, нанофокусных рентгеновских трубок). Однако это может сильно увеличить время записи изображения.

4.5. Заключение к главе 4

В данной главе были продемонстрированы возможности комплекса «SynchrotronLike» в исследовании качества кристаллической структуры различных объектов из алмаза методом рентгеновской топографии с высоким пространственным разрешением. Данный метод был применен для поиска и характеристики дефектов кристаллической структуры некоторых элементов алмазной рентгеновской оптики. С его помощью было проведено исследование алмазных монохроматоров, представленных в виде нескольких пластин размером $3 \times 3 \text{ мм}^2$. В результате лабораторных исследований было отобрано две с наилучшим качеством кристаллической структуры. На топограммах были обнаружены множественные дефекты, такие как царапины и дислокации. Несмотря на это, размеры бездефектных областей для первой и второй пластин были равны $1.7 \times 1.6 \text{ мм}^2$ и $1.8 \times 2.3 \text{ мм}^2$ соответственно.

Дальнейшее исследование алмазных пластин было произведено на станции P01 синхротронного источника PETRAIII. Там, используя излучение с энергией 14.41 кэВ и относительной спектральной шириной $\Delta E/E \sim 10^{-7}$, были получены топограммы, где в каждом пикселе изображения была записана информация об угловом положении и ширине кривой качания. На основе этих топограмм были составлены карты ширин кривых качания (FWHM карты) и их центров масс (COM карты). 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.

Помимо алмазных монохроматоров, метод рентгеновской топографии на базе комплекса «SynchrotronLike» был применен для исследования качества кристаллической структуры преломляющей поверхности алмазной полулинзы. Диаметр входной апертуры исследуемой линзы был равен 1 мм, а радиус кривизны вершины вогнутого параболического профиля – 200 мкм. В результате было обнаружено, что преломляющая поверхность линзы подвержена деградации в результате обработки с помощью лазерной абляции. При этом размер дефектов находился в диапазоне от 40 до 100 мкм, что указывает на недостаточное высокое качество поверхности для использования полулинзы в фокусировке рентгеновского излучения и передаче изображения.

Дополнительно в качестве образца была использована алмазная наковальня, которая является одним из основных элементов ячеек для создания высоких статических давлений. Ранее такие объекты исследовались только на синхротронных источниках с помощью метода рентгеновской топографии ввиду высокой интенсивности излучения. Однако в настоящей работе впервые продемонстрирована возможность выполнения данного типа исследований в лабораторных условиях. На топограммах наковальни в отражениях 400 и 111 были выявлены такие дефекты, как полосы роста и дислокации. Также было выполнено детальное исследование кончика наковальни – области, подвергаемой наибольшим компрессионным нагрузкам при контакте с образцом. Здесь была обнаружена проходящая через кончик граница секторов роста. При этом полосы роста, окружающие границу, параллельны кристаллическим плоскостям (001) и (010). Основным отличием лабораторного исследования от проводимых на синхротронах является высокое время экспозиции, возникающее из-за сравнительно небольшой интенсивности генерируемого лабораторными источниками излучения. Однако наличие микрофокусной рентгеновской трубки и высокоразрешающей камеры в составе комплекса «SynchrotronLike» обеспечили оптимальное пространственное разрешение для регистрации и характеристики микродефектов кристаллической структуры.

Заключение

Основные результаты работы:

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 изображения 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.

Благодарности

Я хочу выразить особую благодарность и глубокую признательность:

– моему научному руководителю и наставнику, к.ф.-м.н. Анатолию Александровичу Снигиреву и его супруге, к.ф.-м.н. Ирине Ивановне Снигиревой за неоценимый вклад в проведение данной исследовательской работы, постановку новаторских, смелых и успешных научных задач, а также за предоставленные уникальные возможности карьерного роста в качестве учёного;

– к.ф.-м.н. Дмитрию Звереву за наставничество и помощь в процессе подготовки окончательной версии диссертационной работы к защите;

– к.ф.-м.н. Петру Ершову за наставничество в начале моего научно-исследовательского пути и обучение базовым навыкам выполнения экспериментов с использованием лабораторного комплекса «SynchrotronLike»;

– первому заместителю руководителя Курчатовского комплекса синхротронно-нейтронных исследований НИЦ «Курчатовский институт», к.ф.-м.н. Сергею Николаевичу Якунину и главному научному сотруднику отдела синхротронных и нейтронных исследований Курчатовского комплекса синхротронно-нейтронных исследований НИЦ «Курчатовский институт», к.ф.-м.н. Эльхану Мехрали-оглы Пашаеву за критические замечания и консультативную помощь;

– коллегам и партнерам, а именно к.ф.-м.н. Вячеславу Юнкину, к.ф.-м.н. Сергею Кузнецову, к.ф.-м.н. Ивану Трояну, к.ф.-м.н. Максиму Поликарпову, к.ф.-м.н. Дмитрию Серебренникову, Сергею Шевырталову, Антону Нариковичу, Ивану Лятуну, Игорю Панормову, за оказанное содействие и участие в совместных лабораторных и синхротронных исследованиях.

Описанные в работе экспериментальные и теоретические прикладные научные исследования проведены при финансовой поддержке:

– Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (программа мегагрантов, контракт №14.Y26.31.0002);

– Российского Научного Фонда (контракт № 19-72-30009);

– Российского Фонда Фундаментальных Исследований (контракт № 16-52-00212 Бел_a);

– Балтийского Федерального Университета имени Иммануила Канта (программа стратегического академического лидерства «Приоритет 2030», научный проект № 122110900042-6).

Список литературы

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 Bulletin* 2017. Vol. 42, № 6. P. 430–436.
8. Assoufid L., Graafsma H. Next-generation materials for future synchrotron and free-electron laser sources // *MRS Bulletin* 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. Crookes W. V. The Bakerian Lecture. On the illumination of lines of molecular pressure, and the trajectory of molecules // *Philos Trans R Soc Lond*. 1879. Vol. 170. P. 135–164.
11. Röntgen W.C. On a New Kind of Rays // *Science* (1979). 1896. Vol. 3, № 59. P. 227–231.
12. Compton A.H., Allison S.K. X-rays in theory and experiment. 2nd ed. New York, D. Van Nostrand Company, Inc., 1935. 828 p.
13. Grider D.E., Wright A., Ausburn P.K. Electron beam melting in microfocus X-ray tubes // *J Phys D Appl Phys*. 1986. Vol. 19, № 12. P. 2281–2292.
14. Snigirev A. et al. On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation // *Review of Scientific Instruments*. 1995. Vol. 66, № 12. P. 5486–5492.
15. Schroer C.G. et al. Hard x-ray nanofocusing with refractive x-ray optics: full beam characterization by ptychographic imaging // *Advances in X-Ray/EUV Optics and Components VIII*. 2013. Vol. 8848. P. 884807.
16. Hansson B. et al. A Nanofocus X-ray Source // *5th Conference on Industrial Computed Tomography (iCT)*. 2014. P. 343–344.
17. Eckermann M. et al. Phase-contrast x-ray tomography of neuronal tissue at laboratory sources with submicron resolution // *Journal of Medical Imaging*. 2020. Vol. 7, № 01. P. 1.
18. 4 БПМ 8-250 [Электронный ресурс]. URL: <https://npo-proma.ru/katalog/techpribor/rentgenovskie-trubki/rentgenovskie-trubki-dlya-promyshlennosti/trubki-dlya-nerazrushayuschego-kontrolya-materialov/seriya-bpm/rentgenovskaya-trubka-4bpm8-250/>

19. Hamamatsu L12531 [Электронный ресурс]. URL: <https://www.hamamatsu.com/eu/en/product/light-and-radiation-sources/microfocus-x-ray-source/L12531.html>.
20. Hamamatsu L10711-03 [Электронный ресурс]. URL: <https://www.hamamatsu.com/eu/en/product/light-and-radiation-sources/microfocus-x-ray-source/L10711-03.html>.
21. Zhao L. et al. A design of transmission-type multi-target X-ray tube based on electric field modulation // Nuclear Engineering and Technology. 2021. Vol. 53, № 9. P. 3026–3034.
22. Canon XRR-3352 [Электронный ресурс]. URL: <https://etd.canon/en/product/category/xray/2inch.html>.
23. Lavrinovich I. v. et al. A compact pulsed X-ray source for high-speed radiography // Instruments and Experimental Techniques. 2013. Vol. 56, № 3. P. 329–334.
24. Komarskiy A. et al. The pulsed X-ray radiation source based on a semiconductor opening switch with the focal point diameter of 0.5 mm and its application // Review of Scientific Instruments. 2019. Vol. 90, № 9. P. 095106.
25. Королев Ю.Д., Месяц Г.А. Физика импульсного пробоя газов. М.:Наука. Гл. ред. физ-мат. лит., 1991. 224 p.
26. Hemberg O., Otendal M., Hertz H.M. Liquid-metal-jet anode electron-impact x-ray source // Appl Phys Lett. 2003. Vol. 83, № 7. P. 1483–1485.
27. Hemberg O. Liquid-metal-jet anode x-ray tube // Optical Engineering. 2004. Vol. 43, № 7. P. 1682.
28. Morley N.B. et al. GaInSn usage in the research laboratory // Review of Scientific Instruments. 2008. Vol. 79, № 5. P. 056107.
29. Plevachuk Y. et al. Thermophysical Properties of the Liquid Ga–In–Sn Eutectic Alloy // J Chem Eng Data. 2014. Vol. 59, № 3. P. 757–763.
30. Skoglund P. et al. High-brightness water-window electron-impact liquid-jet microfocus source // Appl Phys Lett. 2010. Vol. 96, № 8. P. 084103.
31. Tuohimaa T. et al. A microfocus x-ray source based on a nonmetal liquid-jet anode // Appl Phys Lett. 2008. Vol. 92, № 23.
32. Kördel M. et al. Laboratory water-window x-ray microscopy // Optica. 2020. Vol. 7, № 6. P. 658.
33. Taguchi T. In-Laboratory X-ray Source from 1 keV to 40 keV // Analytical Sciences/Supplements Proceedings of IUPAC International Congress on Analytical Sciences 2001 (ICAS 2001). The Japan Society for Analytical Chemistry, 2002. P. i139–i141.
34. Polyakov S.N. et al. Evaluation of laser-electron x-ray source and related optics for x-ray diffractometry and topography / X-ray Lasers and Coherent X-ray Sources: Development and Applications, Proc. SPIE Vol. 10243, P. 102430Y
35. Shevchenko N., Steinhart M., Tomšík E. Single-step preparation of mono-dispersed sulfur nanoparticles for detention of copper // Journal of Nanoparticle Research. 2019. Vol. 21, № 11. P. 246.
36. Hagen C.K. et al. Low-dose phase contrast tomography with conventional x-ray sources // Med Phys. 2014. Vol. 41, № 7. P. 070701.
37. Chen W.-F. et al. Infrared nonlinear optical performances of a new sulfide β -PbGa₂S₄ // Journal of Alloys and Compounds, 2022. Vol. 905. P. 164090.
38. Günther B. et al. The versatile X-ray beamline of the Munich Compact Light Source: design, instrumentation and applications // J. Synchrotron Rad. 2020. Vol. 27, № 5. P. 1395–1414.

39. Saghamanesh S. et al. Non contrast enhanced volumetric histology of blood clots through high resolution propagation-based X-ray microtomography // *Sci Rep.* 2022. Vol. 12, № 1. P. 3684.
40. Als-Nielsen J., McMorrow D. *Elements of Modern X-ray Physics* // second edition. John Wiley & Sons, 2011. 435 p.
41. Raimondi P. et al. *EBS Storage Ring Technical Design Report.* 2018. 352 p.
42. Schroer C.G. et al. *PETRA IV: upgrade of PETRA III to the Ultimate 3D X-ray microscope. Conceptual Design Report.* 2019.
43. Hallstedt J. et al. Liquid-metal-jet X-ray technology for nanoelectronics characterization and metrology // *29th Annual SEMI Advanced Semiconductor Manufacturing Conference, ASMC 2018.* 2018. P. 151–154.
44. Siffalovic P. et al. In situ X-ray reciprocal space mapping for characterization of nanomaterials // *X-ray and Neutron Techniques for Nanomaterials Characterization.* 2016. P. 507–544.
45. Snigirev A. et al. Micro-optics test bench at the ESRF // *Proceedings of SPIE. San Diego, California, United States, 2007.* Vol. 6705. P. 670511.
46. Petukhov A. v. et al. Destruction of long-range order recorded with in situ small-angle x-ray diffraction in drying colloidal crystals // *Phys Rev E.* 2004. Vol. 69, № 3 1.
47. Snigirev A.A. Coherent properties of the third generation synchrotron radiation sources: requirements to the optics // *Optics for High-Brightness Synchrotron Radiation Beamlines II.* 1996. Vol. 2856. P. 26–33.
48. Kohn V., Snigireva I., Snigirev A. Interferometric characterization of spatial coherence of high energy synchrotron X-rays // *Optics Communications.* 2001. Vol. 198. P. 293–309.
49. Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. X-ray interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission, and Reflection at $E= 50\text{--}30,000$ eV, $Z= 1\text{--}92$ // *Atomic Data and Nuclear Data Tables.* 1993. Vol. 54, № 2. P. 181–342.
50. Chantler C.T. Theoretical Form Factor, Attenuation, and Scattering Tabulation for $Z=1\text{--}92$ from $E=1\text{--}10$ eV to $E=0.4\text{--}1.0$ MeV // *J Phys Chem Ref Data.* 1995. Vol. 24, № 1. P. 71–643.
51. Kissel L. et al. The validity of form-factor, modified-form-factor and anomalous-scattering-factor approximations in elastic scattering calculations // *Acta Crystallographica.* 1995. Vol. 51, № 3. P. 271–288.
52. Сивухин Д.В. *Общий курс физики. Том 4. Оптика.* Оптика, 1980. Vol. 4. 752 p.
53. Kohn V.G. Rocking curve and spatial coherence properties of a long X-ray compound refractive lens // *J. Synchrotron Rad.* 2018. Vol. 25, № 6. P. 1634–1641.
54. Dudchik Y.I. et al. On the formation of X-ray microbeams utilizing a short-focus refractive lens and a laboratory radiation source // *Journal of Surface Investigation.* 2016. Vol. 10, № 5. P. 1011–1015.
55. Petrov A.K. et al. Polymer X-ray refractive nano-lenses fabricated by additive technology // *Opt Express.* 2017. Vol. 25, № 13. P. 14173.
56. Barannikov A. et al. Optical performance and radiation stability of polymer X-ray refractive nano-lenses // *J. Synchrotron Rad.* 2019. Vol. 26, № 3. P. 714–719.
57. Kazimirov A. et al. Spatial structure of a focused X-ray beam diffracted from crystals // *J. Synchrotron Rad.,* 2009. Vol. 16, № 5. P. 666–671.
58. Goikhman A. et al. Highly porous nanoberyllium for X-ray beam speckle suppression // *J. Synchrotron Rad. International Union of Crystallography,* 2015. Vol. 22. P. 796–800.

59. Snigireva I., Vaughan G.B.M., Snigirev A. High-energy nanoscale-resolution X-ray microscopy based on refractive optics on a long beamline // AIP Conference Proceedings, 2010. Vol. 1365. P. 188–191.
60. Snigirev A. et al. High energy X-ray transfocator based on Al parabolic refractive lenses for focusing and collimation // J. Phys.: Conf. Ser. 2009. Vol. 186. P. 12073.
61. Vaughan G.B.M. et al. X-ray transfocators: Focusing devices based on compound refractive lenses // J. Synchrotron Rad., 2011. Vol. 18, № 2. P. 125–133.
62. Zozulya A. v. et al. Microfocusing transfocator for 1D and 2D compound refractive lenses // Opt Express, 2012. Vol. 20, № 17. P. 18967.
63. Bowler M.W. et al. MASSIF-1: A beamline dedicated to the fully automatic characterization and data collection from crystals of biological macromolecules // J. Synchrotron Rad. 2015. Vol. 22. P. 1540–1547.
64. Bosak A. et al. High-resolution transmission X-ray microscopy: A new tool for mesoscopic materials // Advanced Materials., 2010. Vol. 22, № 30. P. 3256–3259.
65. Buffet A. et al. P03, the microfocus and nanofocus X-ray scattering (MiNaXS) beamline of the PETRA III storage ring: The microfocus endstation // J. Synchrotron Rad. 2012. Vol. 19, № 4. P. 647–653.
66. Narikovich A. et al. CRL-based ultra-compact transfocator for X-ray focusing and microscopy // J. Synchrotron Rad. 2019. Vol. 26, № 4. P. 1208–1212.
67. JJ X-RAY transfocator [Электронный ресурс]. URL: <https://www.jjxray.dk/p/compound-refractive-lens-systems-crl-systems/>.
68. Andrejczuk A. et al. The role of single element errors in planar parabolic compound refractive lenses // J. Synchrotron Rad. 2010. Vol. 17, № 5. P. 616–623.
69. Ershov P.A. et al. High-resolution X-ray diffraction based on 1D and 2D refractive lenses // Journal of Surface Investigation. 2015. Vol. 9, № 3. P. 576–580.
70. Chu M. et al. Probing three-dimensional mesoscopic interfacial structures in a single view using multibeam X-ray coherent surface scattering and holography imaging // Nat Commun. 2023. Vol. 14, № 1. P. 5795.
71. Petukhov A. V. et al. Microradian X-ray diffraction in colloidal photonic crystals // J. Appl. Cryst., 2006. Vol. 39, № 2. P. 137–144.
72. Goby P. New Application of the X-rays: Micro-radiography // Journal of the Royal Microscopical Society. 1913. Vol. 33, № 4. P. 373–375.
73. Rehbein S. et al. Ultrahigh-Resolution Soft-X-Ray Microscopy with Zone Plates in High Orders of Diffraction // Phys. Rev. Lett. 2009. Vol. 103, № 11.
74. Schropp A. et al. Imaging Shock Waves in Diamond with Both High Temporal and Spatial Resolution at an XFEL // Sci Rep. 2015. Vol. 5.
75. Dubrovinskaia N. et al. Terapascal static pressure generation with ultrahigh yield strength nanodiamond // Sci. Adv. 2016. Vol. 2, № 7. P. e1600341.
76. Fedotenko T. et al. Laser heating setup for diamond anvil cells for in situ synchrotron and in house high and ultra-high pressure studies // Review of Scientific Instruments. 2019. Vol. 90, № 10. P. 104501.
77. Polikarpov M. et al. Visualization of protein crystals by high-energy phase-contrast X-ray imaging // Acta Cryst. 2019. Vol. 75. P. 947–958.
78. Jacobsen C. X-ray Microscopy. Cambridge University Press, 2020.

79. Nazmov V. et al. LIGA fabrication of X-ray Nickel lenses // *Microsystem Technologies*. 2005. Vol. 11, № 4–5. P. 292–297.
80. Zverev D., Snigireva I., Snigirev A. Beam-shaping elements based on x-ray refractive optics: theory, modeling, and experiment // *Advances in Computational Methods for X-Ray Optics V*. SPIE, 2020. P. 18.
81. Hecht E. *Optics* // 4th Edition. Addison-Wesley, 2002. 698 p.
82. Walker J.S. *Fast Fourier Transforms*. 2nd ed. 2017. 464 p.
83. Polikarpov M. et al. High-throughput x-ray imaging, microscopy, and tomography for biological applications on EMBL beamline P14 at PETRA III (Conference Presentation) // *Developments in X-Ray Tomography XII*. SPIE, 2019. P. 66.
84. Friedrich W., Knipping P., von Laue M. Interferenz-Erscheinungen bei Röntgenstrahlen // *Sitzungsberichte der Mathematisch-Physikalischen Classe der Königlich-Bayerischen Akademie der Wissenschaften zu München*. 1912. P. 303–323.
85. Bragg W.H., Bragg W.L. The reflection of X-rays by crystals // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*. 1913. Vol. 88, № 605. P. 428–438.
86. Лидер В.В. Методы рентгеновской дифракционной топографии (О б з о р) // *Физика твердого тела*. 2021. Vol. 63, № 2. P. 165.
87. Bowen D.K., Tanner B.K. *High resolution X-ray diffractometry and topography*. London, Bristol, PA: Taylor & Francis, 1998. 252 p.
88. Sergueev I. et al. Angular vibrations of cryogenically cooled double-crystal monochromators // *J. Synchrotron Rad.* 2016. Vol. 23. P. 1097–1103.
89. Theveneau P. et al. The upgrade programme for the structural biology beamlines at the European synchrotron Radiation Facility-High throughput sample evaluation and automation // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2013. Vol. 425, № PART 1. P. 12001.
90. Grübel G. et al. A diamond double-crystal transmission monochromator for the TROIKA II station at ESRF // *Review of Scientific Instruments*. 1996. Vol. 67. P. 3349.
91. Yabashi M. et al. Diamond double-crystal monochromator for SPring-8 undulator beamlines // *AIP Conference Proceedings*. 2007. Vol. 879. P. 922–925.
92. Sumiya H., Satoh S. High-pressure synthesis of high-purity diamond crystal // *Diamond and Related Materials*. 1996. Vol. 5, № 11. P. 1359–1365.
93. Han Q.G. et al. Design an effective solution for commercial production and scientific research on gem-quality, large, single-crystal diamond by high pressure and high temperature // *Cryst. Growth Des.* 2011. Vol. 11, № 4. P. 1000–1005.
94. Polyakov S.N. et al. Characterization of top-quality type IIa synthetic diamonds for new X-ray optics // *Diamond and Related Materials*. 2011. Vol. 20, № 5–6. P. 726–728.
95. Palyanov Y.N. et al. *Crystal Growth of Diamond* // *Handbook of Crystal Growth: Bulk Crystal Growth: Second Edition*. 2015. Vol. 2. P. 671–713.
96. Burns R.C. et al. HPHT growth and x-ray characterization of high-quality type IIa diamond // *Journal of Physics Condensed Matter*. 2009. Vol. 21, № 36.
97. Stoupin S. Novel diamond X-ray crystal optics for synchrotrons and X-ray free-electron lasers // *Diamond and Related Materials*. 2014. Vol. 49. P. 39–47.

98. Stoupin S. et al. Large-surface-area diamond (111) crystal plates for applications in high-heat-load wavefront-preserving X-ray crystal optics // *J. Synchrotron Rad.* 2016. Vol. 23. P. 1118–1123.
99. Shvyd'Ko Y., Blank V., Terentyev S. Diamond X-ray optics: Transparent, resilient, high-resolution, and wavefront preserving // *MRS Bull.* 2017. Vol. 42, № 6. P. 437–444.
100. MacRander A.T. et al. Strain mapping with parts-per-million resolution in synthetic type-Ib diamond plates // *Appl Phys Lett.* 2005. Vol. 87, № 19. P. 1–3.
101. Hoszowska J. et al. Characterization of synthetic diamond crystals by spatially resolved rocking curve measurements // *J. Phys. D.: Appl. Phys.* 2001. Vol. 34, № 10 SPEC. ISS. A.
102. Khokhryakov A.F. et al. Crystal growth and perfection of large octahedral synthetic diamonds // *Journal of Crystal Growth.* 2011. Vol. 317, № 1. P. 32–38.
103. Palyanov Y.N. et al. Effect of nitrogen impurity on diamond crystal growth processes // *Cryst. Growth Des.* 2010. Vol. 10, № 7. P. 3169–3175.
104. Chang S.L. Solution to the X-ray Phase Problem Using Multiple Diffraction — a Review // *Crystallography Reviews.* 1987. Vol. 1, № 2. P. 87–184.
105. Snigireva I., Polikarpov M., Snigirev A. Diamond X-Ray Refractive Optics // *Synchrotron Radiation News.* 2021. Vol. 34, № 6. P. 12–20.
106. Поликарпов М.В. АЛМАЗНЫЕ ПРЕЛОМЛЯЮЩИЕ ЛИНЗЫ ДЛЯ ЛАЗЕРОПОДОБНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИСТОЧНИКОВ. НИЦ «Курчатовский институт», 2017.
107. Yiqing Chen · Liangchi Zhang. Polishing of Diamond Materials—Mechanisms, Modeling and Implementation // *Journal of Chemical Information and Modeling.* Springer-Verlag London, 2013. 1689–1699 p.
108. Zhao T. et al. Diamond film polishing with argon and oxygen ion beams // *Proceedings of SPIE.* 1990. Vol. 1325. P. 142–151.
109. Medvedskaya P. et al. Diamond refractive micro-lenses for full-field X-ray imaging and microscopy produced with ion beam lithography // *Opt Express.* 2020. Vol. 28, № 4. P. 4773.
110. Medvedskaya P. et al. Diamond micro-CRL for coherent X-ray imaging and microscopy // *AIP Conf. Proc.* 2020. Vol. 2299.
111. Jabarov S.H. et al. Crystal structure and vibrational spectra of hexagonal manganites YMnO_3 and LuMnO_3 under high pressure // *Mater. Res. Express.* 2019. Vol. 6, № 8. P. 086110.
112. Struzhkin V. v. et al. Superconductivity in dense lithium // *Science (1979).* 2002. Vol. 298, № 5596. P. 1213–1215.
113. Kozlenko D.P. et al. Magnetic and electronic properties of magnetite across the high pressure anomaly // *Sci Rep.* 2019. Vol. 9, № 1. P. 4464.
114. Kuppenko I. et al. Magnetism in cold subducting slabs at mantle transition zone depths // *Nature.* 2019. Vol. 570, № 7759. P. 102–106.
115. Kiseeva E.S. et al. Oxidized iron in garnets from the mantle transition zone // *Nature Geosci.* 2018. Vol. 11, № 2. P. 144–147.
116. Guignard J., Crichton W.A. The large volume press facility at ID06 beamline of the European synchrotron radiation facility as a High Pressure-High Temperature deformation apparatus // *Review of Scientific Instruments.* 2015. Vol. 86, № 8. P. 085112.

117. Bassett W.A. Diamond anvil cell, 50th birthday // *High Pressure Research*. 2009. Vol. 29, № 2. P. 163–186.
118. Kantor I. et al. BX90: A new diamond anvil cell design for X-ray diffraction and optical measurements // *Review of Scientific Instruments*. 2012. Vol. 83, № 12. P. 125102.
119. Li J. et al. A new type of hydrothermal diamond-anvil cell with cooling system // *Rev. Sci. Instrum.* 2020. Vol. 91, № 5. P. 053104.
120. Knebel G. et al. Coexistence of antiferromagnetism and superconductivity in CeRhIn₅ under high pressure and magnetic field // *Phys. Rev. B*. 2006. Vol. 74, № 2. P. 020501.
121. Matsumoto R. et al. Diamond anvil cells using boron-doped diamond electrodes covered with undoped diamond insulating layer // *Applied Physics Express*. 2018. Vol. 11, № 5. P. 053101.
122. Mezouar M. et al. Methodology for in situ synchrotron X-ray studies in the laser-heated diamond anvil cell // *High Pressure Research*. 2017. Vol. 37, № 2. P. 170–180.
123. Shen G., Mao H.K. High-pressure studies with x-rays using diamond anvil cells // *Reports on Progress in Physics*. 2017. Vol. 80, № 1. P. 016101.
124. O'Bannon E.F. et al. Contributed Review: Culet diameter and the achievable pressure of a diamond anvil cell: Implications for the upper pressure limit of a diamond anvil cell // *Review of Scientific Instruments*. 2018. Vol. 89, № 11. P. 111501.
125. Dewaele A. et al. An x-ray topographic study of diamond anvils: Correlation between defects and helium diffusion // *J. Appl. Phys.* 2006. Vol. 99, № 10. P. 104906.
126. Ozima M. Gases in Diamonds // *Ann. Rev. Earth Planet Sci.* 1989. Vol. 17, № 1. P. 361–384.
127. Orwa J.O. et al. Effects of damage on diffusion of implanted helium in diamond measured by nuclear elastic scattering // *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B*. 1997. Vol. 124, № 4. P. 515–518.
128. 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.
129. Morikawa K. et al. Three-dimensional X-ray topographic characterization of broken and unbroken natural diamond anvil crystals at 99.4 GPa // *Transactions of the Materials Research Society of Japan*. 2019. Vol. 44, № 4. P. 143–148.
130. Kasu M. et al. Synchrotron X-ray topography of dislocations in high-pressure high-temperature-grown single-crystal diamond with low dislocation density // *Applied Physics Express*. 2014. Vol. 7, № 12. P. 125501.
131. Lang A.R. Topographic methods for studying defects in diamonds // *Diamond and Related Materials* 1993. Vol. 2, № 2–4. P. 106–114.
132. Lang A.R. X-ray topographic and optical imaging studies of synthetic diamonds // *J. Appl. Cryst.* 1994. Vol. 27, № pt 6. P. 988–1001.
133. Wierzchowski W., Moore M. Bragg-case images of stacking faults // *Acta Crystallographica Section A*. 1995. Vol. 51, № 6. P. 831–840.
134. Sumiya H. et al. Crystalline perfection of high purity synthetic diamond crystal // *Journal of Crystal Growth*. 1997. Vol. 178, № 4. P. 485–494.
135. Moore M., Nailer S.G., Wierzchowski W.K. Optical and X-ray topographic studies of dislocations, growth-sector boundaries, and stacking faults in synthetic diamonds // *Crystals (Basel)*. 2016. Vol. 6, № 7. P. 71.

136. Li B. et al. Diamond anvil cell behavior up to 4 Mbar // Proc Natl Acad Sci U S A. National Academy of Sciences, 2018. Vol. 115, № 8. P. 1713–1717.
137. Liu J. High pressure x-ray diffraction techniques with synchrotron radiation // Chinese Physics B. 2016. Vol. 25, № 7. P. 076106.
138. Mao W.L. et al. Applications for Nanoscale X-ray Imaging at High Pressure // Engineering. 2019. Vol. 5, № 3. P. 479–489.