

БАЛТИЙСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ ИММАНУИЛА КАНТА

На правах рукописи



Поликарпов Максим Валерьевич

**АЛМАЗНЫЕ ПРЕЛОМЛЯЮЩИЕ ЛИНЗЫ ДЛЯ
ЛАЗЕРОПОДОБНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИСТОЧНИКОВ**

Специальность 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

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

Калининград – 2016

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Теоретические основы генерации и преломления рентгеновского излучения	11
1.1. Источники рентгеновского излучения	11
1.1.1. Лабораторные источники излучения.....	11
1.1.2. Синхротронное излучение.....	16
1.2. Преломление рентгеновского излучения в веществе.	23
1.3. Одномерные преломляющие рентгеновские линзы.....	28
1.3.1. Фокусное расстояние.	28
1.3.2. Построение изображения	31
1.3.3. Коэффициент пропускания, коэффициент усиления и эффективная апертура	32
1.3.4. Влияние шероховатости профиля на основные параметры оптической системы... 33	
1.4. Двумерные параболические преломляющие линзы.....	34
1.4.1. Фокусное расстояние и передача изображения	35
1.4.2. Эффективная и числовая апертура, коэффициенты пропускания и усиления двумерной линзы.....	35
1.4.3. Дифракционный предел получаемого изображения, разрешающая способность объектива и глубина фокуса.....	37
1.4.4. Хроматические аберрации.....	39
1.5. Исследования, посвященные созданию преломляющих рентгеновских линз из алмаза	40
Глава 2. Алмазные преломляющие рентгеновские линзы с большой апертурой.....	46
2.1. Изготовление преломляющих линз методом лазерной абляции алмаза.....	46
2.1.1. Планарные линзы из монокристаллического алмаза.....	50
2.1.2. Планарные линзы из поликристаллического алмаза	52
2.1.3. Одиночные линзы из монокристаллического алмаза	54
2.1.4. Двумерные одиночные линзы из монокристаллического алмаза	57
2.2. Тестирование алмазных преломляющих линз.....	59
2.2.1. Получение первичной информации об образцах	59
2.2.2. Качественный анализ профиля и морфологии поверхности образцов	67
2.2.3. Анализ структуры материала с помощью рентгеновской радиографии	79
2.2.4. Фокусировка рентгеновского излучения линзой	84
2.2.5. Передача изображения линзой и рентгеновская микроскопия.....	97
2.2.6. Высокоразрешающая рентгеновская топография алмазных линз	101
2.3. Заключение по главе 2	105
Глава 3. Проблемы поверхности и материала линз и способы их решения.....	111
3.1. Теоретическое моделирование влияния ошибок профиля на эффективность линзы... 111	
3.1.1. Постоянное отклонение профиля от идеального параболического	111
3.1.2. Отклонение, характеризующееся определенными периодом и амплитудой	116
3.2. Пост-обработка поверхностей алмазных линз	119

3.3. Дифракционные эффекты при передаче излучения линзой из монокристаллического материала	121
3.4. Заключение по главе 3	126
Глава 4. Фильтрация высших гармоник рентгеновского излучения преломляющей линзой. ...	129
4.1. Проблема высших гармоник	129
4.2. Эксперимент по подавлению высших гармоник составной преломляющей линзой. ..	132
4.3. Заключение по главе 4	135
Заключение	137
Благодарности.....	139
Список литературы	139

Введение

Актуальность темы

За время, прошедшее с момента открытия рентгеновских лучей в 1895 году, было придумано множество возможностей для их использования. Пожалуй, самая известная область применения — это медицина, где рентгеновские лучи являются мощным инструментом диагностики ввиду своей способности проникать сквозь материю, не разрушая её структуры. Помимо этого, на уникальных свойствах рентгеновских лучей основано большинство физических методов анализа. Жесткое рентгеновское излучение покрывает энергетический диапазон от 1 кэВ до 200 кэВ, что соответствует большей части электронных и небольшому числу ядерных переходов в атомах. Следовательно, элементный состав исследуемого образца может быть определен путем исследования его флуоресцентного излучения. Аналогичным образом, спектроскопия поглощения может описывать химические элементы и их связи. Более того, рентгеновские лучи с длинами волн от 10 Å до 0.05 Å позволяют описывать структуры твердых тел, так как длины волн равны величине межатомных расстояний. Это обстоятельство легло в основу рентгеновской кристаллографии. На сегодняшний день, сложно даже представить области науки и техники, развитию которых не поспособствовало бы применение методов рентгеновского анализа. Простой пример — полупроводниковая промышленность, где процесс получения высокосовершенного кремния и технологических решений на его основе был теснейшим образом связан с применением рентгеновских лучей.

Для того, чтобы рентгеновские методы исследований были эффективными, в большинстве случаев необходим сфокусированный пучок рентгеновского излучения, так как высокое пространственное разрешение, получаемое при использовании микро-размерного сфокусированного пучка, особенно полезно для исследования нано-структур и объектов со сложным строением. Поэтому, для уменьшения размеров пучка рентгеновских лучей и увеличения пространственного разрешения методов исследования микро- и нано-объектов, совершенствовались как источники рентгеновского излучения, которые проделали путь от лабораторных трубок до синхротронных источников IV-го поколения, так и методы фокусировки рентгеновского излучения. Развитие фокусирующих рентгеновских устройств было представлено изобретением конусных капилляров [1], изогнутых рентгеновских зеркал [2] и многослойных структур [3], френелевских зонных пластин [4] и брэгг-френелевской оптики [5]. В этом списке легко заметить отсутствие преломляющих линз, используемых человечеством с античных времен для фокусировки электромагнитного излучения в видимом диапазоне длин волн. При открытии своих лучей В.К. Рентген пытался сфокусировать излучение стеклянной линзой и, не достигнув успеха, постулировал невозможность фокусировки рентгеновского

излучения ввиду его слабой способности преломляться в материале. Однако, спустя почти 100 лет, в 1996 году преломляющие рентгеновские линзы были реализованы на практике [6] и позволили производить фокусировку в микро- и нано-метровые размеры. В отличие от фокусирующих устройств, основанных на эффекте отражения, рентгеновские линзы не меняют направления распространения рентгеновского излучения, что значительно упрощает процесс их эксплуатации. Они прочно вошли в инструментарий современных синхротронных источников, дополнив большинство рентгеноструктурных методов анализа (двух- и трёх-кристалльная рентгеновская дифрактометрия, высокоразрешающая микроскопия, микроскопия стоячих волн и т.д.) [7-9].

На сегодняшний день, линзы могут иметь различную форму – планарную или элемента вращения; со сферическим [6], параболическим [8], или кино-формным [10] профилем. Они, также, могут изготавливаться из широкого спектра низко-поглощающих элементов - кремния [11, 12], алюминия, бериллия, полимеров [13, 14] и стеклоподобного углерода [15]. Однако, ввиду общемировой тенденции перехода на высокомоощные источники синхротронного излучения и рентгеновские лазеры на свободных электронах, возникает острая потребность в рентгенооптических элементах, изготовленных из материалов, способных выдерживать пиковые тепловые и радиационные нагрузки, сохраняя фокусирующие и изображающие свойства. Алмаз полностью удовлетворяет данным требованиям при наличии соответствующей технологии производства линз. Данная работа была посвящена разработке элементов преломляющей оптики – линз - из моно- и поликристаллического алмаза.

Цель работы и научные задачи

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

Решались следующие научные задачи:

- 1) Выбор оптимальных алмазных материалов и технологии обработки алмаза для производства рентгенооптических элементов. Изготовление тестовых образцов линз с различными параметрами и формой из моно- и поликристаллического алмаза. Исследование и оптимизация влияния различных параметров производственного процесса лазерной абляции на качество получаемой вогнутой поверхности линз.
- 2) Характеризация изготовленных рентгенооптических элементов методами неразрушающего контроля для анализа качества профиля и свойств материала. Проведение сравнительного анализа преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов.

Проверка совершенства и оптической производительности линз на источниках синхротронного излучения третьего поколения.

- 3) Исследование влияния на рентгенооптические свойства линзы моно- и поликристаллической структуры материала алмаза. Проведение соответствующих экспериментов. Анализ преимуществ, недостатков и границ применимости того или иного типа материала.
- 4) Исследование влияния возможных искажений профиля поверхности преломляющей линзы на её оптические свойства.
- 5) Исследование дополнительных приложений алмазной преломляющей оптики для использования на источниках рентгеновского излучения.

Научная новизна и практическая значимость

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

Так как алмазные преломляющие линзы являются принципиально новым объектом исследований, в работе был подробно изучен вопрос метрологии вогнутой поверхности линз неразрушающими методами контроля, произведен сравнительный анализ преимуществ и недостатков каждого из рассмотренных методов, предложены рекомендации по их применению. Впервые методами теоретических расчетов и компьютерного моделирования исследовано влияние возможных искажений профиля поверхности преломляющей линзы на её оптические свойства. Используя данный подход, показана связь поступательного и периодического отклонений профиля поверхности линзы с размерами и яркостью формируемого изображения.

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

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

В целом, выполненная работа доказывает, что реализованные лазерные технологии обеспечивают прямой способ изготовления алмазных преломляющих линз с большой апертурой,

высоким качеством профиля и субмикронной шероховатостью поверхности. Оптические свойства алмаза, в сочетании с его тепловыми свойствами (высокая теплопроводность, низкий коэффициент расширения, высокая температурная стабильность) позволяют применять такие линзы на высокомоощных пучках современных и будущих источников рентгеновского излучения.

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Широко используемые, общепризнанные и современные экспериментальные методы исследования обеспечили достоверность научных результатов, представленных в настоящей работе. Все результаты, полученные в работе, обладают воспроизводимостью и хорошо согласуются с современными теоретическими представлениями. Они не противоречат известным ранее литературным данным и дополняют их. Результаты работы были неоднократно опубликованы в реферируемых международных журналах и апробированы на профильных международных научных конференциях, семинарах и школах.

Основные положения, выносимые на защиту

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

рентгеновской микроскопии с разрешением 1 мкм с использованием алмазных преломляющих линз.

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

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

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

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

Личный вклад автора

Соискатель самостоятельно провел анализ литературы по исследуемой тематике и принимал прямое участие в проектировке рентгенооптических элементов, постановке производственных задач и выборе методов и технологий для их решения. Автор сыграл важную роль в проведении всех экспериментов по тестированию линз, в том числе на источниках синхротронного излучения, детально освоив методику проведения синхротронного эксперимента. Получаемые результаты обсуждались диссертантом с изготовителями изделий с

целью улучшения и доработки производственного процесса. Автор произвел систематизацию, анализ и интерпретацию полученных экспериментальных данных. При непосредственном участии диссертанта, была произведена разработка теории по влиянию ошибок профиля на оптические свойства линзы. Автор собственноручно подготавливал публикации к печати и представлял результаты научной работы на научных конференциях, семинарах и школах.

Публикации

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

1. Terentyev, S. A., Polikarpov, M., Snigireva, I., Di Michiel, M., Zholudev, S., Kuznetsov, S. M., Blank, V. & Snigirev, A. Linear Parabolic Single-crystal Diamond Refractive Lenses for Synchrotron X-ray Sources // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2017. – Vol. 24. – P. 103-109.
2. Kononenko, T. V., Ralchenko, V. G., Ashkinazi, E. E., Polikarpov, M., Ershov, P., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigireva, I. & Konov, V. I. Fabrication of polycrystalline diamond refractive X-ray lens by femtosecond laser processing // *Applied Physics A*. – 2016. – Vol. 122. – P. 152.
3. Terentyev, S., Blank, V., Polyakov, S., Zholudev, S., Snigirev, A., Polikarpov, M., Kolodziej, T., Qian, J., Zhou, H. & Shvyd'ko, Y. Parabolic single-crystal diamond lenses for coherent x-ray imaging // *Applied Physics Letters*. – 2015. – Vol. 107. – P. 111108.
4. Polikarpov, M., Snigireva, I., Morse, J., Yunkin, V., Kuznetsov, S. & Snigirev, A. Large-acceptance diamond planar refractive lenses manufactured by laser cutting // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2015. – Vol. 22. – P. 23-28.
5. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. X-ray harmonics rejection on third-generation synchrotron sources using compound refractive lenses // *Journal of Synchrotron Radiation*. – 2014. – Vol. 21. – P. 484-487.
6. Zholudev, S. I., Terentiev, S. A., Polyakov, S. N., Martyushov, S. Y., Denisov, V. N., Kornilov, N. V., Polikarpov, M. V., Snigirev, A. A., Snigireva, I. I. & Blank, V. D. Imaging by 2D parabolic diamond X-ray compound refractive lens at the laboratory source // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1764. – P. 020006.
7. Polikarpov, M., Polikarpov, V., Snigireva, I. & Snigirev, A. Diamond X-ray refractive lenses with high acceptance // *Physics Procedia*. – 2016. – Vol. 84. – P. 213-220.
8. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. Focusing of white synchrotron radiation using large-acceptance cylindrical refractive lenses made of single – crystal diamond // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1741. – P. 040024.
9. Polikarpov, M., Kononenko, T. V., Ralchenko, V. G., Ashkinazi, E. E., Konov, V. I., Snigireva, I., Ershov, P., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Polikarpov, V. M. & Snigirev, A. Diamond X-ray refractive

- lenses produced by femto-second laser ablation // *Proceedings of SPIE*. – 2016. – Vol. 9963. – P. 99630Q.
10. Polikarpov, M., Barannikov, A., Zverev, D., Terentiev, S. A., Polyakov, S. N., Zholudev, S. I., Martyushov, S. Y., Denisov, V. N., Kornilov, N. V., Snigireva, I., Blank, V. D. & Snigirev, A. Laboratory and synchrotron tests of two-dimensional parabolic x-ray compound refractive lens made of single-crystal diamond // *Proceedings of SPIE*. – 2016. – Vol. 9964. – P. 99640J.
11. Polikarpov, M., Snigireva, I. & Snigirev, A. X-ray harmonics suppression by compound refractive lenses // *Proceedings of SPIE*. – 2014. – Vol. 9207. - P. 920711.

Апробация работы

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

- 48 и 49 Научные школы ФГБУ «ПИАФ» НИЦ КИ по физике конденсированного состояния (Санкт-Петербург, 2014 и 2015);
- Международная конференция «Наука будущего» (Санкт-Петербург, 2014);
- Конференция «Рентгеновская оптика 2014» (Черноголовка, 2014);
- Международная Балтийская школа «Smart nanomaterials and X-ray optics 2014. Modeling, synthesis and diagnostics» (Калининград, 2014).
- Международный симпозиум “ESRF user’s meeting” (Гренобль, Франция, 2015);
- Международная конференция “Synchrotron Radiation Instruments 2015”, (Нью-Йорк, США, 2015);
- Международная научная школа “Smart nanomaterials and X-ray optics 2015”, (Ростов-на-Дону, 2015);
- XIII и XIV Курчатовская молодежная научная школа (Москва, 2015 и 2016);
- Международная научно-практическая школа HERCULES-2016 (Гренобль, Франция, 2016);
- Международная конференция ХОПТ 2016, (Йокогама, Япония, 2016);
- Международная конференция «Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2016)» (Новосибирск, 2016);
- Конференция «Nanocarbon for optics and electronics» (Калининград, 2016);
- Международная конференция «SPIE: Optics and Photonics» (Сан-Диего, США, 2016);
- Международная конференция «Наука будущего. Наука молодых» (Казань, 2016);
- Международная научная школа “Smart nanomaterials and X-ray optics 2016”, (Калининград, 2016);
- Первый российский кристаллографический конгресс «От конвергенции наук к природоподобным технологиям» (Москва, 2016)

Глава 1. Теоретические основы генерации и преломления рентгеновского излучения

Данная глава, по большей своей части, посвящена обзору литературы. Будут описаны: наиболее распространенные на сегодняшний день источники рентгеновского излучения; принципы работы преломляющей рентгеновской оптики и физические свойства используемых рентгенооптических материалов. В конце главы будет рассмотрена целесообразность и перспективность использования материала алмаза для создания рентгенооптических элементов.

1.1. Источники рентгеновского излучения

1.1.1. Лабораторные источники излучения

Открыв новый тип излучения, Вильгельм Конрад Рентген продемонстрировал способность таких лучей проникать сквозь человеческое тело на примере снимка костей своей руки и руки своей жены. Начиная с этого момента, началась коммерциализация и создание массовых рентгеновских медицинских аппаратов. Это послужило стимулом и к развитию источников рентгеновского излучения. До 1912 года для генерации лучей использовались преимущественно разрядные трубки Ленарда, на одной из которых Рентген и сделал своё выдающееся открытие. Однако, в 1912 году Уильям Дэвид Кулидж сконструировал новый тип вакуумной трубки, где нить накала (обычно, вольфрам) генерировала электроны, которые затем ускорялись и ударялись в охлаждаемый водой анод (тугоплавкие металлы с большим порядковым номером в таблице Менделеева). Большим преимуществом такой трубки была возможность отдельно регулировать ускоряющее напряжение и ток накала, позволяя достигать больших мощностей (1 кВт), ограниченных лишь эффективностью охлаждения анода. Претерпевая лишь незначительные изменения, трубка такого типа широко использовалась на протяжении десятилетий.

В ходе взаимодействия электронов и вещества анода более 95% энергии электронов преобразовывается в тепло. Поэтому, для достижения лучшего охлаждения (и, следовательно, большей возможной мощности) анод стоит подвергать вращению, постоянно изменяя место попадания электронного луча. Однако, долгое время это было трудно реализовать на практике, не нарушая вакуумного сочленения деталей. Лишь в начале 1960-х годов была сконструирована трубка с вращающимся анодом, что существенно повысило генерируемую мощность излучения. Данная трубка используется по сей день (рис. 1.1). Электроны, генерируемые анодом, ускоряются электромагнитным полем и ударяются во вращающийся анод, вызывая генерацию рентгеновского излучения.

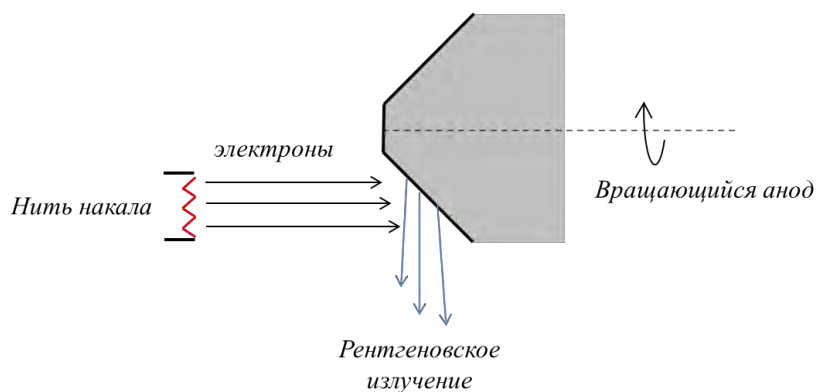


Рис. 1.1. Принцип действия рентгеновской трубки с вращающимся анодом.

Спектр получаемого рентгеновского излучения в трубке (рис. 1.2) состоит, в основном, из, так называемого, тормозного спектра, образующегося при резком уменьшении кинетической энергии электрона. Тормозной спектр является непрерывным, а его максимальная энергия равна начальной энергии электрона. Таким образом, варьируя ускоряющее напряжение электронов в трубке, можно задавать максимальную энергию тормозного спектра рентгеновского излучения. На фоне тормозного спектра выделяются характеристические линии с большей интенсивностью, образующиеся при возбуждении электронов в атомах анода, с последующим их переходом на более близко расположенные к ядру оболочки (K-, L-, M-, N-). Длина волны характеристической линии зависит от атомного номера элемента, из которого изготовлен анод, и чем выше атомный номер, тем короче длина волны.

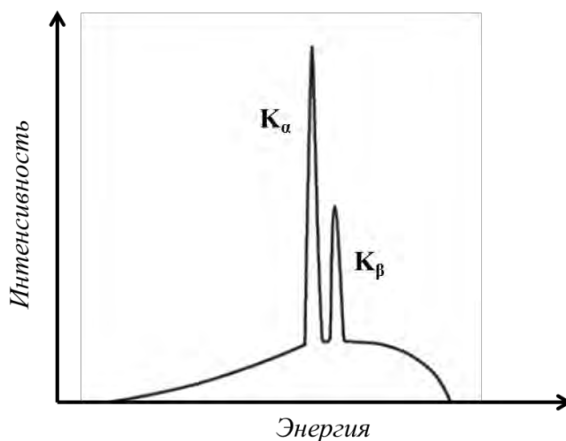


Рис. 1.2. Спектр излучения в рентгеновской трубке.

При повышении тока в катоде, число испускаемых им электронов возрастает, что вызывает увеличение числа генерируемых анодом рентгеновских фотонов. Мощность рентгеновской трубки может быть определена как произведение тока накала на ускоряющее напряжение. Чем больше мощность, тем больше плотность потока рентгеновского излучения.

Наконец, путем фокусировки ускоряемых электронов можно достигать различной площади засветки анода, что определяет размер источника рентгеновского излучения. Стоит отметить, что при увеличении мощности неизбежно приходится увеличивать площадь засветки электронного луча, чтобы избежать расправления анода.

Часть экспериментов в данной работе проводилась с использованием генератора рентгеновского излучения с вращающимся анодом Rigaku MultiMax-9 [16], параметры которого представлены в таблице 1.1. В данной таблице графа “реальный фокус” означает доступные размеры фокусировки электронного луча, падающего на анод, а “эффективный фокус” – размер генерируемого при этом рентгеновского излучения. Несовпадение размеров объясняется наличием угла наблюдения и выхода рентгеновского излучения по отношению к падающему электронному пучку. Так, варьируя данный угол возможно получить линейный или точечный источник рентгеновских лучей.

Таблица 1.1. Параметры генератора рентгеновского излучения Rigaku MultiMax-9

		Материал, из которого изготовлен анод			
Рентгеновская трубка		Cu, Cr, Fe, Co, Ni, Mo, Au, Ag, W			
	Реальный фокус, мм ²	0.5 x 10	0.3 x 3	0.4 x 8	0.5 x 5
	Эффективный фокус (линейный), мм ²	0.05 x 10	-	0.04 x 8	0.05 x 5
	Эффективный фокус (точечный), мм ²	0.5 x 1	0.3 x 0.3	0.4 x 0.8	0.5 x 0.5
	Яркость (кВт / мм ²)	1.8	6	2.8	3.6
	Максимальная мощность (кВт)	9	5.4	9	9
	Диапазон значений возможных напряжений в трубке	От 20 кВ до 60 кВ / 1-кВ шаг			
	Диапазон значений возможного тока в трубке	От 10 мА до 200 мА (фикс. 10 мА для ≤40 кВ) / 1-мА шаг			

Помимо этого, в таблице 1.1 графа яркость обозначает максимальную мощность электронного луча, приходящуюся на квадратный миллиметр анода. Такое обозначение широко используется для сравнения традиционных лабораторных источников, так как прямым образом связано с числом и интенсивностью генерируемых фотонов. Однако, когда речь идет о сравнении рентгеновских источников разного типа (лабораторных и, например, синхротронных), то используют такой параметр, как спектральная яркость (от англ. brilliance):

$$\text{Яркость} = \frac{\text{Число фотонов/сек}}{\Omega \cdot (\text{мм}^2 \text{ размер источника}) \cdot (0.1\% \text{ BW})} \quad (1.1)$$

Спектральная яркость рентгеновского источника определяет, в первую очередь, число испускаемых им фотонов в единицу времени с единицы площади источника (мм^2). Также, учитывается пространственный угол расходимости Ω рентгеновского излучения по мере его распространения. Наконец, принимается во внимание спектральное распределение излучения, так как, для различных источников, генерируемое число фотонов может различным способом зависеть от их энергии. Некоторые рентгеновские источники (такие, как, рентгеновские трубки и поворотные магниты) генерируют излучение с широким гладким спектром, другие же (ондуляторное синхротронное излучение) – имеют резко выраженные узкие пики на определенных энергиях фотонов. Таким образом, для определения спектральной яркости, принято нормировать поток испускаемых источником фотонов на энергетическую полосу пропускания (BW), шириной 0.1% от рассматриваемой энергии излучения. Отсюда, для данного источника излучения спектральная яркость является параметром, зависящим лишь от энергии и становится возможным сравнивать яркость разных источников рентгеновского излучения при определенных энергиях испускаемых фотонов. Характерным значением спектральной яркости для лабораторных источников с вращающимся анодом является 10^9 .

Одним из последних достижений лабораторных источников рентгеновского излучения является применение жидкого анода (рис. 1.3, а), что позволяет добиться высоких мощностей при малом размере генерируемого излучения. Сфокусированный микро-размерный электронный луч ударяется в нагнетаемую струю металлического расплава, что вызывает генерацию рентгеновского излучения. Контролируя площадь соприкосновения электронного луча и металла (рис. 1.3, б), можно варьировать размер получаемого рентгеновского излучения. Часть экспериментов в настоящей работе проводилась на источнике MetalJet подобного типа, фирмы-производителя ExcillumTM. На таком источнике в качестве материала анода используется индий-галлиевая смесь, а характерные размеры генерируемого рентгеновского излучения составляют от 5 до 80 мкм. Более подробная информация представлена в таблице 1.2. Характерный спектр излучения данного источника при ускоряющем напряжении 70 кВ представлен на рис. 1.4.

Основными преимуществами источника на жидком аноде являются высокая мощность излучения на квадратный миллиметр и очень малый размер источника рентгеновского излучения. Максимальным значением спектральной яркости является $\sim 10^{11}$ фотонов/(сек $\times$ мм² $\times$ мрад² $\times$ кэВ), что на несколько порядков выше, чем на рентгеновской трубке с вращающимся анодом. Однако, стоит отметить, что интегральная мощность излучения при применении жидкого анода снижается, за счет существенного уменьшения размера излучающей области источника рентгеновского излучения.

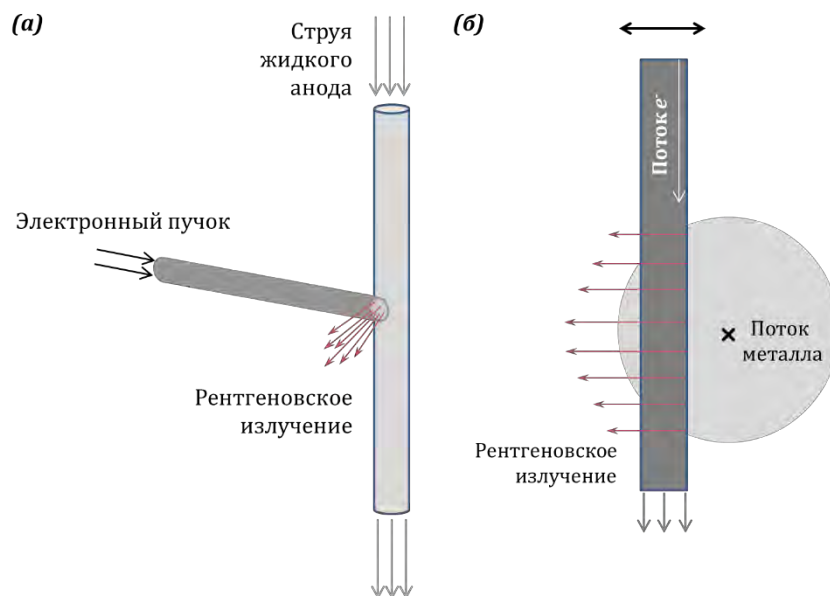


Рис. 1.3. а) Принцип действия источника рентгеновского излучения с жидким анодом.
 б) Генерация рентгеновского излучения на источнике с жидким анодом (вид сверху).

Таблица 1.2. Параметры рентгеновского источника Excillum MetaJet с жидким анодом.

Технические характеристики			
Материал анода	Ga - In сплав	Мин. Размер фокуса	~ 5 мкм
Напряжение	10 - 70 кВ	Эмиссионная стабильность	< 1%
Мощность	0 - 300 Вт	Позиционная стабильность	< 1 мкм
Максимальный ток	4.3 мА	Минимальное расстояние от источника до образца	18 мм
Примеры производительности			
Размер источника (мкм, Полная Ширина на Полувысоте распределения интенсивности)	Мощность электронного пучка (Вт)	Спектральная яркость на энергии Ga K _α (фотонов/(сек×мм ² ×мрад ² ×кэВ))	
5	50	1.5×10 ¹¹	
10	100	5.2×10 ¹⁰	
20	200	2.6×10 ¹⁰	

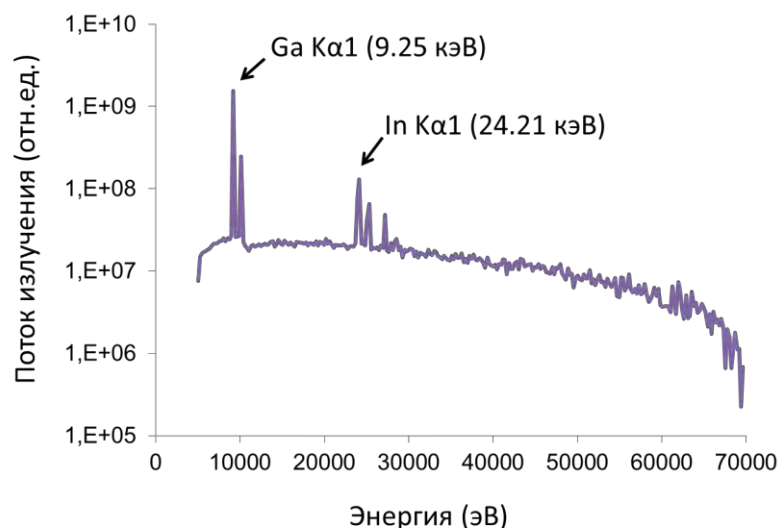


Рис. 1.4. Спектр источника рентгеновского излучения на жидком In-Ga аноде.

1.1.2. Синхротронное излучение

Изобретение синхротронов сыграло очень важную роль в развитии источников рентгеновского излучения. История развития синхротронных источников началась в 1950-х годах и с этого времени они непрерывно обновлялись. На сегодняшний день, в мире активно используются синхротронные источники третьего поколения. Одними из крупнейших синхротронов третьего поколения являются Европейский Центр Синхротронного Излучения (European Synchrotron Radiation Facility, ESRF, Франция) и Argonne Photon Source (APS, США). Именно на них и были проведены эксперименты, описанные в данной работе. Базовый принцип генерации излучения на таких источниках состоит в том [17], что электроны движутся с около-световой скоростью в кольцевых накопителях и излучают свет при изменении траектории своего движения (рис. 1.5). Электроны обладают кинетической энергией порядка нескольких ГэВ и сгруппированы в пространственно-разделенные пучки, длиной порядка сантиметра. Изменение траектории движения электронов происходит с помощью поворотных магнитов с постоянным полем. Электронный пучок поддерживается на орбите с помощью квадрупольных и секступольных магнитных фокусирующих систем. Наконец, рентгеновское излучение может генерироваться с помощью поворотного магнита, а, также, специальных вставных секций с периодической магнитной структурой – ондуляторов (от англ. “undulate” - колебаться). Поворотные магниты ESRF позволяют генерировать рентгеновское излучение с характерной спектральной яркостью $10^{14} - 10^{16}$ (фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1%BW) [18]. Детальное рассмотрение принципов генерации излучения на поворотных магнитах может быть найдено в [19]. Ввиду того, что все оптические эксперименты в данной работе проводились на

ондуляторном источнике синхротронного излучения, его физический принцип будет рассмотрен ниже более подробно.

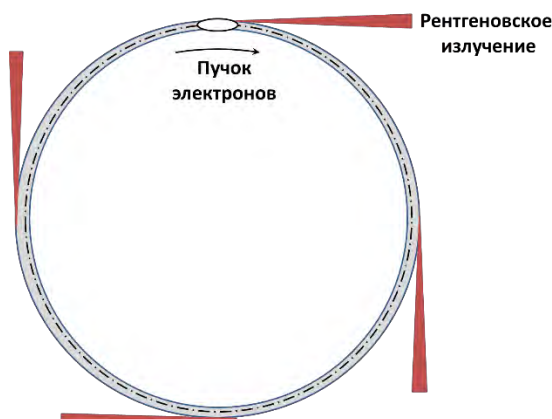


Рис. 1.5. Электроны движутся с около-световой скоростью в кольцевом накопителе синхротрона. При изменении траектории движения в горизонтальном направлении генерируется рентгеновское излучение.

Ондуляторное излучение

Ондулятор является периодической системой постоянных магнитов, создающих вертикальное поле, заставляющее электрон колебаться в горизонтальном направлении с испусканием рентгеновских лучей в направлении своего распространения (рис. 1.6).

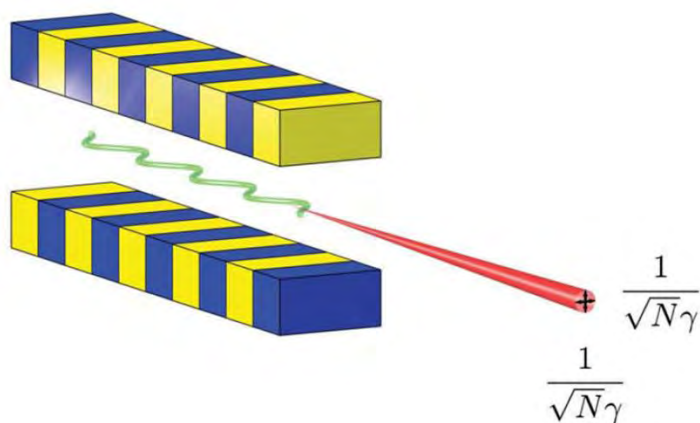


Рис. 1.6. Под действием силы Лоренца электрон колеблется в магнитном поле и испускает Рентгеновские лучи. Число магнитов, N , в реальном ондуляторе может достигать нескольких сотен. Рисунок заимствован из [19].

Оптические свойства ондулятора могут быть охарактеризованы с помощью безразмерного параметра [19]:

$$K = \frac{eB_0\lambda_u}{2\pi mc} = 0.934 \lambda_u [\text{см}] B_0 [\text{Т}] \quad (1.2)$$

Где e , m , c , B_0 и λ_u – элементарный заряд, масса электрона, скорость света, максимальная напряженность магнитного поля и период магнитов в ондуляторе, соответственно. Важно отметить, что для ондулятора $K \leq 1$. Это означает, что амплитуда колебания электрона мала и пространственные конусы излучения, испускаемого электроном в каждом периоде своего колебания, перекрываются и интерферируют, повышая спектральную яркость излучения пропорционально корню из числа магнитов в периодической структуре ($\sqrt{N}$). Данное обстоятельство делает генерируемое ондуляторами излучение ярче и мощнее, чем на поворотном магните. Так, характерная величина спектральной яркости в ондуляторе ESRF составляет $\sim 10^{20}$ (фотонов/сек/мм²/мрад²/0.1% BW), превышая яркость поворотного магнита как минимум на пять порядков.

Через скорость движения электрона v и лоренц-фактор γ , можно ввести выражение для основной длины волны (фундаментальной гармоники) генерируемого излучения, λ_1 :

$$\lambda_1 = \frac{\lambda_u}{2\gamma^2} \left(1 + \frac{K^2}{2}\right) \quad (1.3)$$

Видно, что длина волны, фактически, зависит от периода и приложенного в ондуляторе поля, которое регулируется путем изменения расстояния между полюсами магнитов. Дополнительно к фундаментальной гармонике ($n = 1$), в ондуляторе генерируются гармоники высших порядков ($n = 2, 3, 4, \dots$), длина волны которых может быть описана как:

$$\lambda_n = \frac{\lambda_u}{2n\gamma^2} \left(1 + \frac{K^2}{2}\right) \quad (1.4)$$

Число высших гармоник растет при увеличении значения K . Несмотря на выражения 1.3 и 1.4, генерируемое излучение не является строго монохроматическим (рис. 1.7). Его монохроматичность ($\frac{\Delta\lambda}{\lambda_n}$) обычно составляет $\sim 1\%$ и обратно пропорциональна числу периодов N и порядковому номеру гармоники n :

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_n} = \frac{1}{nN} \quad (1.5)$$

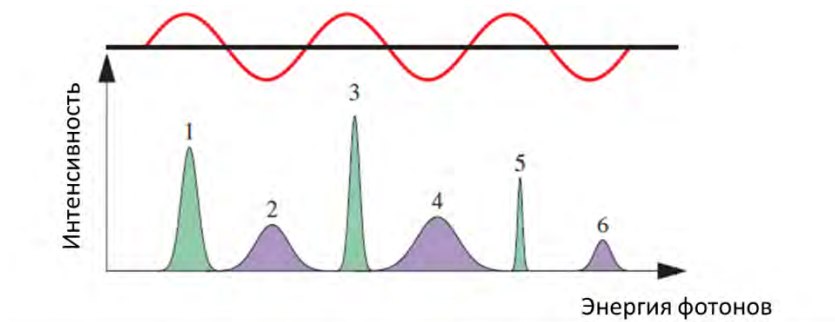


Рис. 1.7. Генерация гармоник рентгеновского излучения с кратной энергией (длиной волны) в ондуляторе. Рисунок заимствован из [19].

Генерируемое излучение описывается эмиттансом - параметром, являющимся произведением размера и угловой расходимости излучения в вертикальном или горизонтальном направлении. Характерный размер источника в ондуляторной секции ESRF составляет 15×900 мкм² (вертикальн. $\times$ горизонт.). Угловая расходимость излучения $\sigma' = \sqrt{\frac{\lambda}{N\lambda_u}}$ зависит от энергии (длины волны) генерируемых фотонов. Например, при длине волны $1 \text{ \AA}$ (12.4 кэВ) расходимость ондуляторного излучения ESRF составляет 14×28 мкрад² (вертикальн. $\times$ горизонт.). Стоит отметить, что, согласно программе развития ESRF [20], к 2022 году планируется модернизация накопительного кольца с целью уменьшения эмиттанса. Это приведет к уменьшению размера источника и угловой расходимости до 10×60 мкм² и 12×17 мкрад² (на длине волны $1 \text{ \AA}$) в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно. Так, на рис. 1.8 показан характерный размер излучения на расстоянии 25 метров от ондулятора, после обновления. Ввиду конструктивных особенностей синхротрона, обычно данное расстояние является наименьшим возможным для установки первых рентгенооптических элементов. Из графика видно, что в этой позиции максимальные размеры излучения не превышают 500 мкм на энергиях более 5 кэВ. Тогда, для первичной обработки, передачи, коллимации или пре-фокусировки излучения без потерь, необходимо иметь оптические элементы с апертурой не менее 500 мкм.

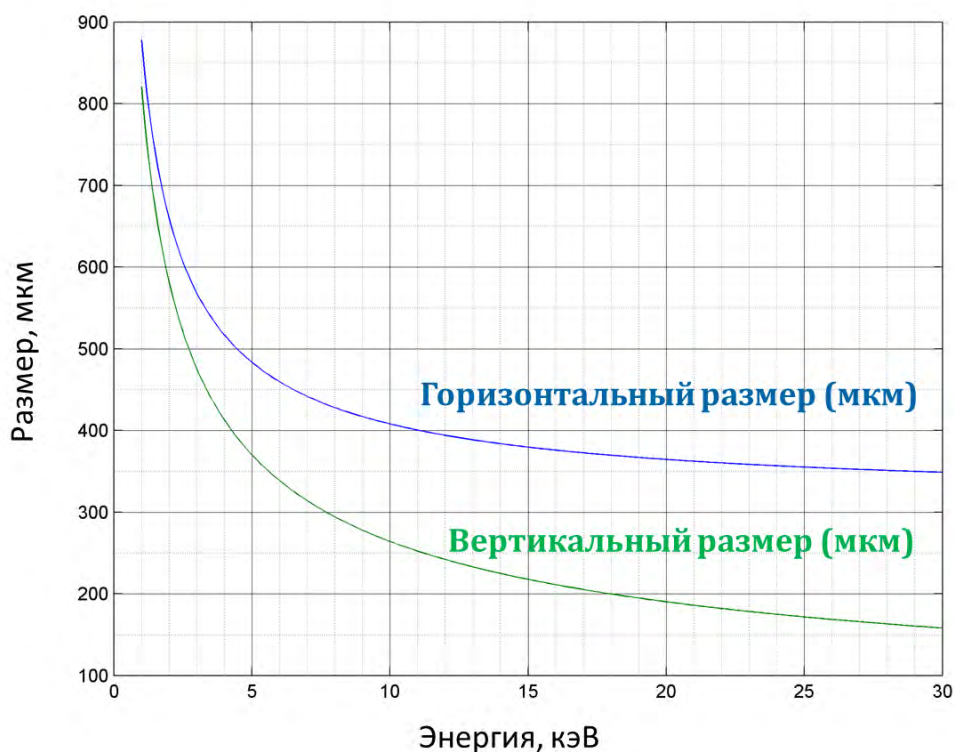


Рис. 1.8. Характерные размеры излучения на расстоянии 25 м от обновленного источника ESRF.

Помимо этого, после обновления ESRF произойдет увеличение спектральной яркости источника в 50-100 раз. Это накладывает дополнительные требования к оптическому материалу по радиационной и термической стойкости. Более подробно данный вопрос будет рассмотрен в конце главы. Стоит лишь отметить, что программа обновления ESRF отражает общемировую тенденцию к переходам на источники синхротронного излучения нового поколения с большой генерируемой мощностью, существенно уменьшенным эмиттансом и, как следствие, пространственно-когерентным излучением в обоих направлениях. Примерами являются построенные, но ещё не введённые в эксплуатацию (по состоянию на 2016 г.) источники MAX-IV (Швеция) и European XFEL (Германия). В заключение, в таблице 1.3 приведено сравнение спектральной яркости всех выше описанных рентгеновских источников.

Таблица 1.3. Характерные значения спектральной яркости для разных типов рентгеновских источников. Данные взяты из открытых источников.

	Спектральная яркость (фотонов/сек/мм ² /мрад ² /0.1% BW)
Рентгеновская трубка с вращающимся анодом	10^9
Рентгеновская трубка с жидким анодом	10^{11}
Синхротроны второго поколения (поворотные магниты)	10^{15}
Синхротроны третьего поколения (ондуляторы)	10^{20}
Синхротроны четвертого поколения	10^{22}
Лазеры на свободных электронах	10^{34}

Станция ID06 Европейского Центра Синхротронного Излучения

Подавляющее большинство экспериментов, описанных в данной работе, проводилось на станции ID06 Европейского Центра Синхротронного Излучения (ESRF). Схема станции ID06 представлена на рис. 1.9.

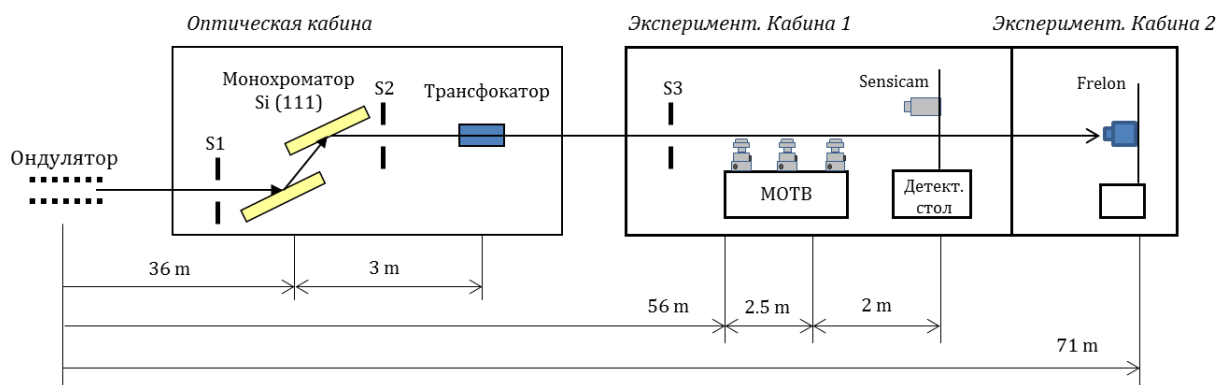


Рис. 1.9. Схема ондуляторной станции ID06 (ESRF).

Генерация рентгеновского излучения происходит с помощью ондулятора, на выходе из которого размер рентгеновского пучка равен 15 мкм (FWHM – “full width at half maximum”, полная ширина гауссового распределения интенсивности излучения на полувысоте) и 900 мкм (FWHM) в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно. Затем, излучение попадает на станцию, состоящую из оптической и двух экспериментальных кабин (№1 и №2). После первичной коллимации двумя парами щелей S1 в вертикальном и горизонтальном направлениях, излучение проходит через криогенно охлаждаемый Si-111 двухкристальный монохроматор, используемый для энергетической фильтрации излучения в энергетическом диапазоне от 6 до 60 кэВ. Важно отметить, что, из-за дрожания кристаллов монохроматора вследствие работы охлаждающей системы, эффективный вертикальный размер источника излучения, который можно зарегистрировать рентгенооптическими элементами, установленными после монохроматора, составляет ~ 40 мкм. Щели S2 и S3 служат для дальнейшей коллимации излучения. Одним из важнейших элементов оптической кабины станции является вакуумный трансфокатор (рис. 1.10), принцип действия которого состоит в следующем. Трансфокатор [21-24] состоит из набора картриджей с бериллиевыми преломляющими линзами внутри, причем число линз в картриджах возрастает по степеням двойки (1, 2, 4, 8, 16, 32, 64..), что позволяет быстро добиваться любого желаемого числа линз в общем наборе и достигать желаемых фокусных расстояний путем введения необходимых картриджей на оптическую ось с помощью пневматических приводов.

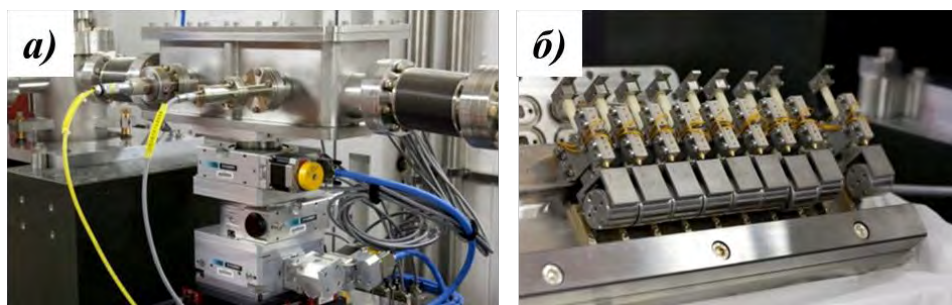


Рис. 1.10. Вакуумный рентгеновский трансфокатор в оптической кабине станции ID06 (а). Картриджи с линзами приводятся в движение за счет пневматических приводов (б).

В экспериментальной кабине №1, в 56 метрах от ондулятора, расположен Micro-optics test bench (МОТВ), на котором были проведены почти все эксперименты, описанные в данной работе. МОТВ состоит из трех механических модулей, установленных на гранитном оптическом столе (рис. 1.11):

- Оптический модуль – два гониометра с пятью степенями свободы (X , Z , θ , χ , ϕ), используемые для установки различных оптических элементов. Гониометры установлены

на полутораметровой моторизованной рельсе (Y-перемещение вдоль направления излучения) для настройки фокусного расстояния.

- Диагностический модуль – гониометр с тремя степенями свободы (Y, Z, θ) для проведения характеристики нано-пучков с использованием вертикального ножевого сканирования (ось Z) в фокальной плоскости. Пьезо-управляемый Y-Z модуль способен обеспечить разрешение 10 нм в диапазоне перемещения 200 мкм в обоих направлениях.
- Детекторный модуль может нести на себе высокоразрешающую рентгеновскую CCD камеру (Sensicam QE - 12 bit, (рис. 1.11, б) или PCO-4000, идентичную Sensicam) в сочетании с PIN-диодом (Canberra PD300-500C), обладающие возможностью перемещения вдоль осей X и Z. Поле зрения камеры составляет 887 x 670 мкм², а разрешение - 1.3 (1.5) мкм (размер пикселя Sensicam (PCO) составляет 0.645 (0.73) мкм). Также, CCD-камера может быть установлена на отдельный оптический стол, располагающийся дальше по ходу движения излучения (рис. 1.9).

При тестировании преломляющей оптики, на МОТВ достижима реализация фокусных расстояний менее 10 см, что является трудно реализуемой задачей на обычных станциях. Получение фокусных расстояний более 10 м также возможно путем помещения высокоразрешающей рентгеновской CCD-камеры “Frelon” (поле зрения – 2048x2048 пикселей, размер пикселя – 2,5 мкм) в экспериментальную кабину №2. Камера “Frelon” может быть размещена и в конце экспериментальной кабины №1. Система лазерной настройки, расположенная на отдельной подставке в начале оптического стола, позволяет совершать быструю первичную настройку механики, оптических элементов и детекторов. МОТВ, в том числе, позволяет решать и дифракционные задачи (высокоразрешающая топография, диффрактометрия).

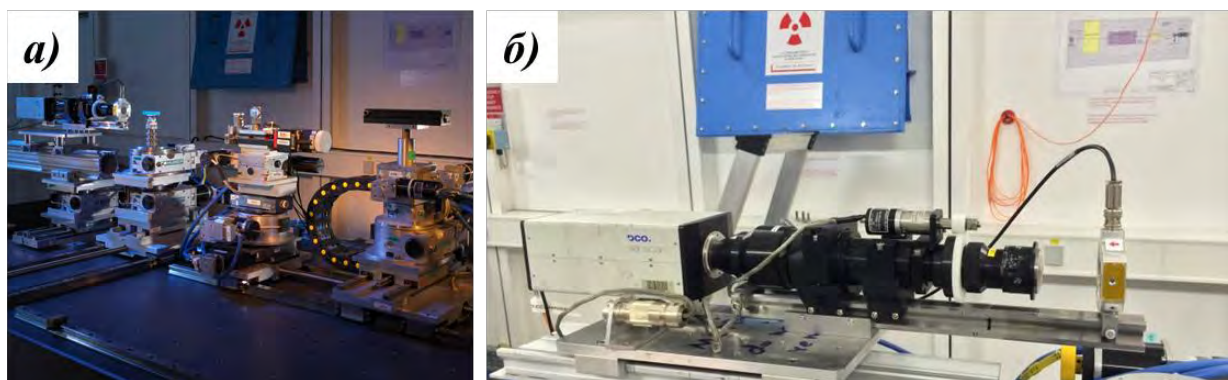


Рис. 1.11. Micro-optics test bench в экспериментальной кабине №1 станции ID06 (а). Фотография высокоразрешающей рентгеновской CCD-камеры Sensicam (б), перед камерой размещен PIN-диод.

1.2. Преломление рентгеновского излучения в веществе.

Рентгеновские лучи являются электромагнитными волнами. Из этого следует, что на границе раздела двух сред они будут преломляться. Для описания преломления, принято считать материалы, в которых распространяется рентгеновское излучение, однородными, с резкой границей раздела между ними. При этом, каждый материал характеризуют показателем преломления n . По определению, показатель преломления вакуума $n = 1$. Комплексный показатель преломления рентгеновских лучей в материале может быть записан как [19]:

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (1.6)$$

Декремент показателя преломления, δ , соответствует тому, насколько сильно преломляются рентгеновские лучи при попадании в материал из вакуума. Для жесткого спектра энергий рентгеновского излучения (от 1 до 100 кэВ) δ может принимать очень малые положительные значения порядка $10^{-5} - 10^{-7}$. Мнимая часть показателя преломления пропорциональна коэффициенту поглощения β , который описывает поглощение излучения материалом и, обычно, на три-четыре порядка величины меньше, чем δ . И действительная, и мнимая части показателя преломления могут быть получены из выражения для структурного фактора рассеяния $f = Z + f' + if''$, где Z – атомный номер, а $f' + if''$ – дисперсионная поправка.

$$\delta = C \cdot (Z + f') \quad (1.7)$$

$$\beta = C \cdot f'' \quad (1.8)$$

$$C = \frac{r_0 \lambda^2}{2\pi} \frac{N_A \rho}{A} \quad (1.9)$$

Где r_0 – классический радиус электрона, λ – длина волны падающего излучения, N_A – постоянная Авогадро. Для беспримесных элементов ρ и A – это плотность и атомная масса материала, соответственно. Физический смысл величины C может быть описан, исходя из рассеяния рентгеновских лучей в материале. Так, $N_A \rho / A$ – это число атомов в рассматриваемом объеме. Электронный радиус, $r_0 = e_0^2 / mc^2$, характеризует силу электрон-фотонного взаимодействия. m_0 , в общем случае, соответствует массе рассеивающего центра (в данном случае, - электрона). Таким образом, можно пренебречь рассеянием на ядрах атомов, так как их масса на три порядка величины больше, чем у электрона. Для энергий, превосходящих все края поглощения элемента, f' стремится к нулю (рис. 1.12, а). Отсюда, выражение 1.7 может быть переписано как

$$\delta = \frac{N_A r_0}{2\pi} \frac{Z}{A} \rho \lambda^2 \sim \rho \lambda^2 \quad (1.10)$$

Ввиду того, что соотношение Z/A равно 0.5 практически для всех элементов, плотность ρ – единственный параметр, связанный с материалом и непосредственно влияющий на значение декремента показателя преломления, δ . В таблице 1.4 приведены характерные значения для δ .

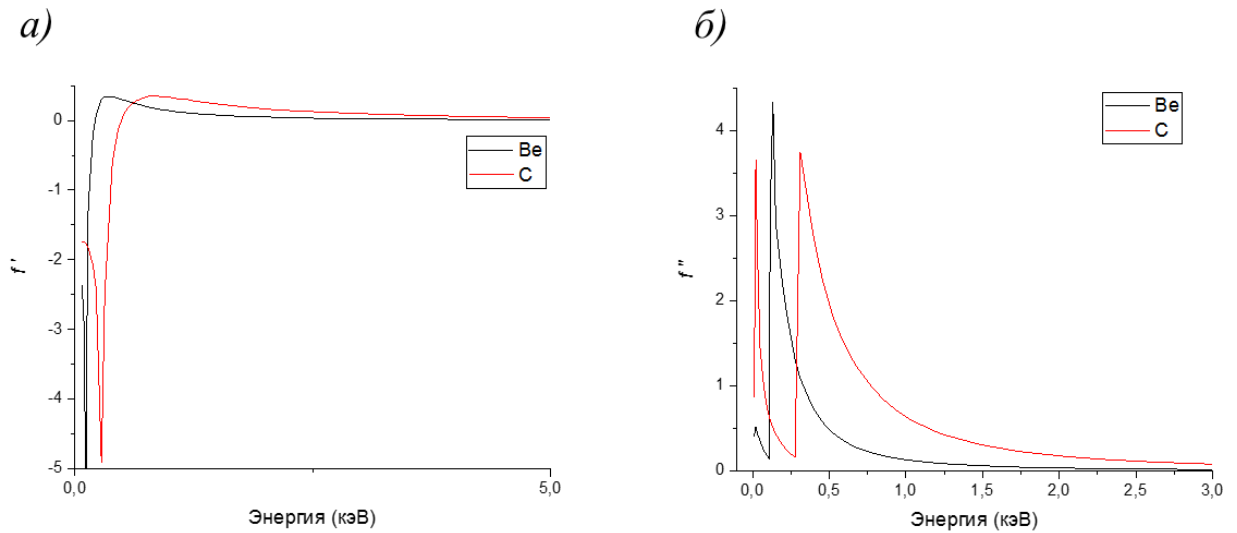


Рис. 1.12. Действительная (а) и мнимая (б) компоненты дисперсионной поправки рассеивающего фактора f бериллия и алмаза. Как видно, при энергиях, превышающих края поглощения элементов, f' и f'' стремятся к нулю. Данные были взяты из [25].

Таблица 1.4. Декремент показателя преломления, δ , бериллия (Be), алюминия (Al), алмаза (C) и кремния (Si) для различных энергий. Данные взяты из [26], [27].

Материал	Плотность [г/см ³]	Значение δ [10^{-6}] для различных энергий [кэВ]				
		5	10	15	20	30
Be	1.85	13.66	3.41	1.51	0.85	0.38
C	3.52	29.33	7.30	3.24	1.82	0.81
Al	2.70	22.19	5.46	2.42	1.35	0.60
Si	2.33	19.83	4.89	2.16	1.21	0.54

Как видно из таблицы, δ принимает малые положительные значения, а показатель преломления материала n – значения чуть меньше единицы. Тогда, согласно закону Снеллиуса

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad (1.11)$$

становится ясно, что, в отличие от видимого света, рентгеновские лучи при попадании в материал из вакуума или воздуха преломляются, отдаляясь от нормали, восстановленной к поверхности раздела (рис. 1.13). С точки зрения преломляющей оптики, данное обстоятельство приводит к тому, что собирающие линзы для рентгеновского излучения должны иметь не выпуклый, а вогнутый профиль поверхности.

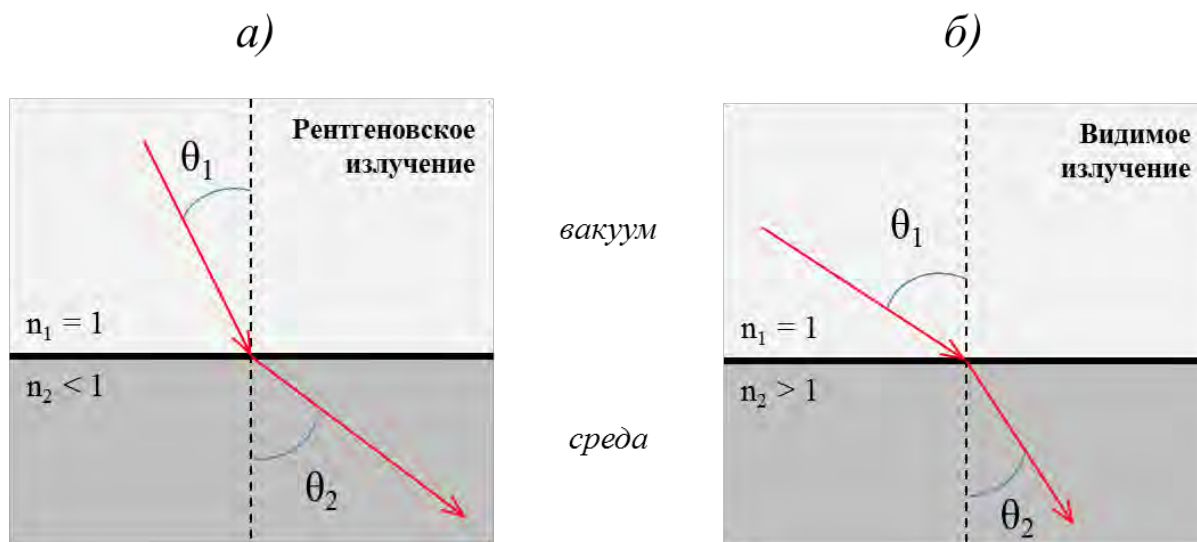


Рис. 1.13. Схема, иллюстрирующая преломление рентгеновских (а) и видимого света (б) лучей на границе перехода из вакуума в среду.

Можно заметить, что, так как δ очень мало ($\delta \approx 10^{-6}$), преломление рентгеновских лучей, также, осуществляется на очень малые углы. Так, для характерной энергии 15 кэВ, декремент показателя преломления алмаза равен $\delta = 3.24 \cdot 10^{-6}$. Если взять угол падения $\theta_1 = 20^\circ$, то угол преломления рентгеновского излучения окажется равным $\theta_2 = 20.0001^\circ$. При этом, видимый свет преломился бы на угол $\theta_2 = 8.14^\circ$.

Важно заметить, что, в данной работе, элемент углерод (С) будет рассматриваться, прежде всего, в структурной форме алмаза, так как плотность алмаза (3.52 г/см^3) существенно превышает плотность графита (2.2 г/см^3), что делает его более выгодным оптическим материалом, согласно формуле 1.10.

Слабое преломление рентгеновских лучей – это лишь первое из обстоятельств, долгое время препятствовавших реализации преломляющих линз для рентгеновской оптики. Другой, не менее важной, причиной является сильное поглощение рентгеновского излучения материалом. Можно выделить три главных механизма, вносящих основной вклад в ослабление потока рентгеновских лучей в материале:

1) Первое, Томсоновское рассеяние фотонов - это упругое рассеяние, происходящее без изменения энергии рассеянных квантов. Вероятность упругого рассеяния падает с ростом энергии, так как сечение упругого рассеяния включает в себя четвертую степень атомного фактора рассеяния, который, как было показано выше, стремится к нулю при увеличении энергии. Таким образом, вкладом упругого рассеяния можно пренебречь.

2) Второе, фотопоглощение, происходящее на сильно-связанных электронах. Электрон полностью забирает энергию фотона, а тяжелое ядро атома компенсирует приращение электронного импульса. Чем сильнее электронная связь, тем выше вероятность возникновения процесса фотопоглощения. Коэффициент фотопоглощения τ может быть выражен через β , как

$$\tau = \frac{4\pi}{\lambda} \beta \quad (1.12)$$

Для диапазона энергий $E \in (10; 40)$ кэВ, фотопоглощение играет главную роль в механизме поглощения. Связывая τ с плотностью ρ :

$$\frac{\tau}{\rho} \sim \frac{Z^3}{E^3} \quad (1.13)$$

Отсюда следует, что для изготовления рентгенооптических элементов важно выбирать материалы с низким Z для уменьшения фотопоглощения. Исходя из технологических реалий, такими материалами являются Бериллий, Алюминий, Алмаз, Кремний.

3) И, наконец, третье - Комptonовское рассеяние - происходит на свободных или слабосвязанных электронах (в сравнении с энергией фотона). Фотон отдает энергию, равную сумме энергии связи и кинетической энергии электрона, выбивая из атома, т.н. электроны отдачи. При этом, фотон не поглощается материалом и Комptonовское рассеяние является неупругим. Вклад Комptonовского рассеяния возрастает по мере увеличения энергии падающих на материал фотонов и, постепенно, становится определяющим.

Поглощение фотонов в среде описывается законом Бугера – Ламберта – Бера

$$I = I_0 \exp[-\mu d] = I_0 \exp\left[-\frac{\mu}{\rho} \frac{\rho S d}{S}\right] = I_0 \exp\left[-\frac{\mu}{\rho} m\right] \quad (1.14)$$

Где I_0 и I – интенсивности падающего и прошедшего излучения, соответственно, а d – толщина поглощающего материала; m – это отношение массы материала в объеме, засвеченном рентгеновским излучением ($\rho S d$) к площади слоя S . Массовый коэффициент поглощения μ может быть выражен, как

$$\mu = \tau + \mu_s + \mu_p \quad (1.15)$$

где μ_s отвечает за упругое (Томсоновское) и неупругое (Комptonовское) рассеяние. μ_p связано с образованием электрон-позитронных пар в полях ядра и связанных электронов, либо с поглощением фотона ядром атома. $\mu_p = 0$ для энергий менее 120 кэВ. Рис. 1.14 демонстрирует зависимость μ/ρ от энергии для различных материалов. На рисунке видно, как с ростом энергии меняется характер кривой, что обусловлено возрастанием вклада неупругого механизма рассеяния. Для алюминия и кремния видны края поглощения в рассматриваемом интервале энергий. Влияние Комptonовского рассеяния становится настолько сильным для энергий выше 100 кэВ, что для изготовления линз становится выгодным использовать такие высоко поглощающие элементы, как никель.

Даже несмотря на то, что β принимает очень малые положительные значения, μ - достаточно велико, так как в формуле 1.12 оно получается путем деления β на длину волны λ малой величины. Так, например, рентгеновское излучение с достаточно большой энергией 15 кэВ поглощается на $\sim 41\%$ алмазом, толщиной 2 мм, и на $\sim 95\%$ обычным кварцевым стеклом той же толщины. Этот простой пример также подтверждает, почему долгое время изготовление преломляющих линз для рентгеновского излучения казалось невозможным.

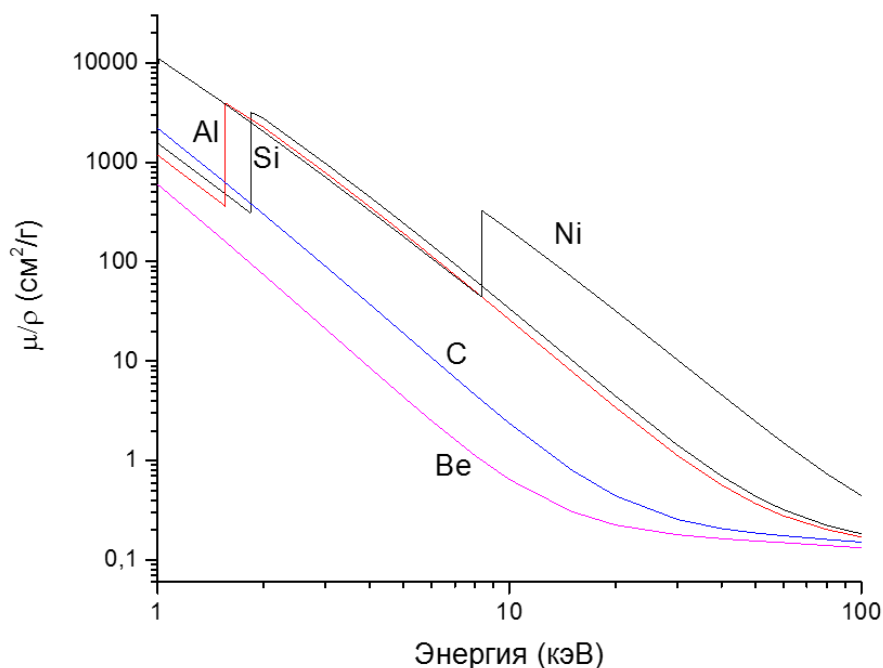


Рис. 1.14. Массовый коэффициент поглощения μ/ρ для энергий в диапазоне 1 – 100 кэВ и различных материалов. Данные взяты из [28].

Для сравнения рентгенооптических материалов, часто удобным является отношение δ/β , характеризующее одновременно и преломляющие и поглощающие свойства материала. Лучшей оптической производительностью обладают материалы с высокими значениями δ/β . Рис. 1.15 иллюстрирует зависимость δ/β от энергии излучения для бериллия, алюминия и алмаза, как самых низко поглощающих элементов. Из графика видно, что бериллий является наиболее выгодным элементом; за ним следует алмаз. Важно отметить, что в энергетическом диапазоне до 40 кэВ алмаз поглощает, примерно, в 10 раз больше фотонов (в зависимости от энергии), чем бериллий. Однако, при этом, декремент показателя преломления δ у алмаза в два раза выше, что означает, что для достижения одинакового фокусного расстояния в одной экспериментальной схеме, алмазных линз нужно в два раза меньше.

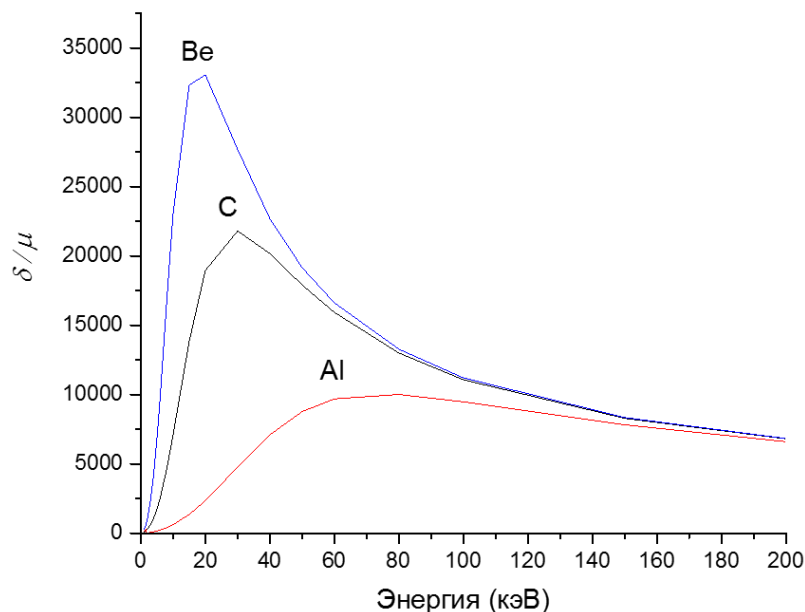


Рис. 1.15 Зависимость отношения δ/μ от энергий для различных материалов.

Как уже обсуждалось ранее, показатель преломления среды, через которую проходит рентгеновское излучение, чуть меньше единицы. Данное обстоятельство приводит к тому, что собирающие линзы должны иметь вогнутый, а не выпуклый профиль поверхности. В следующих разделах будет приведено теоретическое изложение принципов передачи рентгеновского излучения рентгеновской собирающей линзой с описанием основных параметров такой оптической системы. Параграф 1.3 будет посвящен теории одномерных, а параграф 1.4 – двумерных преломляющих рентгеновских линз. При рассмотрении преломляющих рентгеновских линз будет использоваться параксиальное приближение, в котором считается, что лучи, падающие на линзу, образуют малый угол с её оптической осью. Такое приближение хорошо описывает процесс передачи излучения с малой расходимостью.

1.3. Одномерные преломляющие рентгеновские линзы

1.3.1. Фокусное расстояние.

Рассмотрим рентгеновский луч, падающий на вогнутую поверхность материала с показателем преломления n_2 из вакуума (рис. 1.16, а). Обозначим угол между касательной к поверхности и падающим лучом θ_1 , а угол между падающим и преломленным лучом – $\Delta\theta$. Тогда, согласно закону Снеллиуса:

$$\cos \theta_1 = n_2 \cos(\theta_1 + \Delta\theta) \quad (1.16)$$

Как обсуждалось ранее, декремент показателя преломления δ и угол отклонения луча $\Delta\theta$ – малы. Поэтому косинус в формуле (1.16) можно разложить в ряд Тейлора, отбросив все члены, кроме первого. Тогда:

$$\cos \theta_1 = (1 - \delta) (\cos \theta_1 + \Delta\theta \sin \theta_1) \Rightarrow \delta \cos \theta_1 = (1 - \delta) \Delta\theta \sin \theta_1 \approx \Delta\theta \sin \theta_1 \quad (1.17)$$

$$\Delta\theta = \delta / \tan \theta_1 \quad (1.18)$$

Фокусное расстояние характеризуется способностью собирать все падающие на линзу параллельные лучи в одну точку, находящуюся на оптической оси. В данной работе будут рассматриваться линзы с большим фокусным расстоянием и, поэтому, можно воспользоваться приближением тонкой линзы, пренебрегая толщиной линзы по сравнению с рассматриваемыми расстояниями. Отсюда, а также ввиду малости угла отклонения, при преломлении на второй идентичной поверхности линзы, на выходе из материала, луч отклонится практически на тот же самый угол $\Delta\theta$. Таким образом, при прохождении целой линзы, луч претерпевает отклонение $2\Delta\theta$ от первоначального направления распространения. Тогда, для луча, попадающего в фокус, справедливо выражение

$$F = \frac{y_1}{\tan 2\Delta\theta} \approx \frac{y_1}{2\Delta\theta} = \frac{y_1 \tan \theta_1}{2\delta} \quad (1.19)$$

Где y_1 – координата точки входа рентгеновского луча в линзу (рис. 1.16).

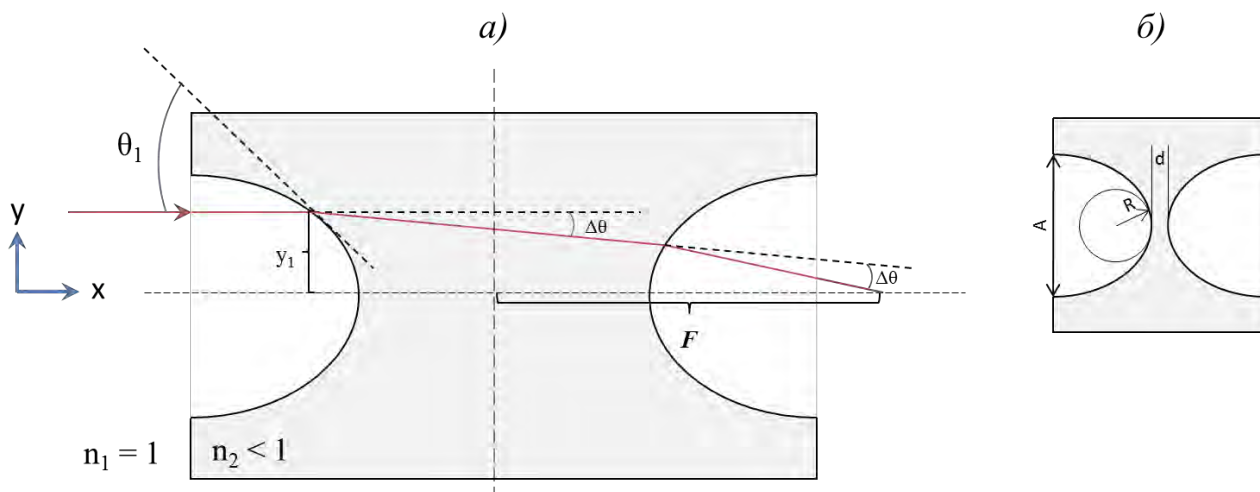


Рис. 1.16. а) Ход луча в собирающей рентгеновской линзе. б) Основные параметры преломляющей рентгеновской линзы – радиус R , апертура A , толщина перешейка между параболой d .

А) Линза с параболическим профилем поверхности

Пусть параболический профиль поверхности линзы задан формулой

$$y^2 = 2Rx \quad (1.20)$$

где R – это параметр параболы, который, в дальнейшем, будет называться просто радиусом линзы. Тогда

$$\tan \theta_1 = \left. \frac{dy}{dx} \right|_{y_1} = \frac{R}{y_1} \quad \text{и} \quad F = \frac{R}{2\delta} \quad (1.21)$$

Выражение 1.21 описывает фокус двояковогнутой параболической преломляющей тонкой линзы. Замечу, что фокусное расстояние не зависит от координат x и y , что означает отсутствие сферических aberrаций в идеальной оптической системе такого типа: в геометрическом приближении каждый участок волнового фронта плоской волны, падающей на линзу, при прохождении будет сфокусирован в одну и ту же точку – фокус. Так как $\delta \approx 10^{-6}$, то для достижений метровых фокусных расстояний, радиус одной линзы должен составлять несколько микрон. Если составить подряд N одиночных двояковогнутых линз, то получится тонкая система, называемая Составной Преломляющей Линзой (СПЛ), фокусное расстояние которой будет равно

$$F = \frac{R}{2N\delta} \quad (1.22)$$

В этом случае, для сохранения фокусного расстояния при увеличении количества линз в наборе, можно увеличить радиус одиночной линзы до нескольких сот микрон, существенно облегчая процесс изготовления линз. Тем не менее, необходимо учитывать поглощение материала линз, о чем будет сказано позднее.

Б) Линза со сферическим профилем поверхности

Сферический (несмотря на устоявшуюся терминологию, более корректным будет термин «цилиндрический») профиль поверхности одномерных преломляющих линз легко реализуем, так как достаточно всего лишь просверлить дырку в материале. Это и было сделано в первой работе, демонстрирующей преломляющие рентгеновские линзы [6]. Поэтому, такие линзы и по сей день пользуются популярностью, несмотря на то, что они уступают параболическим по причинам, описанным ниже.

Профиль поверхности линзы в этом случае задается формулой

$$y = \sqrt{R^2 - x^2} \quad (1.23)$$

Проводя операции, аналогичные п. а), можно прийти к формуле:

$$F = \frac{\sqrt{R^2 - y_1^2}}{2\delta} \quad (1.24)$$

Видно, что фокусное расстояние, в данном случае, зависит от координаты на поверхности профиля линзы, что приводит к наличию сферических aberrаций в линзах такого типа. В линзе видимого света R много больше апертуры линзы, A , и, следовательно, y_1 , и влиянием сферических aberrаций можно пренебречь. В рентгеновской же оптике характерная апертура линзы составляет $A = 2R \sim 1$ мм, а радиус – от 200 до 1000 мкм. Однако, как показано в работе [29],

центральная часть таких линз (где $y \ll R$), в достаточно хорошем приближении, может быть аппроксимирована параболой и, таким образом, относительно свободна от аберраций. В случае такого приближения фокусное расстояние может быть вычислено по формуле (1.21) для одиночной линзы и по формуле (1.22) для СПЛ. Размер максимальной апертуры сферической линзы, где еще справедливо данное приближение задается формулой:

$$A_t = 2R \sqrt[4]{4 \frac{\lambda F}{R^2}}, \quad (1.25)$$

где λ – длина волны падающего излучения. В дальнейшем, рассматривая сферические линзы, будет использоваться это параболическое приближение.

1.3.2. Построение изображения

Построение изображения собирающей рентгеновской линзой происходит абсолютно по тем же законам, что и для видимого света. Так как было оговорено считать рентгеновскую линзу тонкой, то к ней применима формула тонкой линзы:

$$\frac{1}{F} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} \quad (1.26)$$

где L_1 – это расстояние от объекта до линзы, а L_2 – расстояние от линзы до изображения (рис. 1.17). Размер получаемого изображения P' связан с размером объекта P через фактор увеличения M или фактор уменьшения D линзы

$$P' = MP = \frac{L_2}{L_1} \cdot P = \frac{P}{D} = \frac{P}{L_1/L_2} \quad (1.27)$$

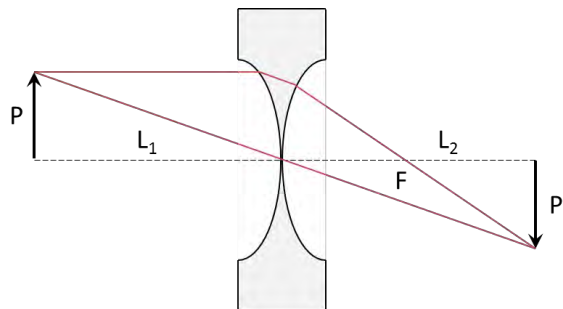


Рис. 1.17. Ход лучей и построение изображения тонкой линзой.

Размер P' отражает идеальный геометрический размер, который должен быть получен в данной схеме при использовании идеальных линз. На практике, размер изображения может быть уширен из-за нарушений профиля линзы. Отсюда, проводя экспериментальную оценку получаемого изображения в лабораторных условиях, можно сделать вывод о качестве используемых линз.

1.3.3. Коэффициент пропускания, коэффициент усиления и эффективная апертура

Коэффициентом пропускания T принято называть отношение интенсивности прошедшего излучения к интенсивности излучения, падающего на линзу. Рентгеновское излучение поглощается материалом линзы согласно закону Бугера-Ламберта-Бера (формула 1.14) и поглощается неравномерно, так как толщина линзы возрастает по мере отдаления от оптической оси. В параксиальном приближении, для N линз, составленных в СПЛ, коэффициент пропускания тонкого слоя на расстоянии y от оптической оси (рис. 1.16) равен

$$T(y) = \exp(-\mu Nd) \exp(-\mu N \cdot 2x) \quad (1.28)$$

Определим эффективную апертуру A_{eff} [30] так, чтобы на ее концах ($y = \frac{A_{eff}}{2}$) интенсивность проходящего излучения (и коэффициент пропускания) была вдвое меньше, чем в середине ($y=0$). Тогда, для параболических линз из формул 1.20 и 1.28 нетрудно получить следующее выражение

$$A_{eff} = \sqrt{\frac{4R \ln 2}{\mu N}} \quad (1.29)$$

Таким образом, эффективная апертура – это характеристика способности оптической системы к приему и передаче падающего на нее излучения. Как правило, эффективная апертура – меньше физической, A , по вполне очевидным причинам. Однако, при рассмотрении падения рентгеновских лучей с достаточно большой энергией (например, 20 кэВ) на одиночную алмазную линзу ($N=1$, $\mu = 0.00015 \text{ мкм}^{-1}$) с большим радиусом (например, $R = 500 \text{ мкм}$) поглощение может оказаться мало и $A_{eff} = 3 \text{ мм} > A = 1 \text{ мм}$. В таких случаях принято считать, что линза захватывает всё падающее на нее излучение. Стоит отметить, также, что выражение 1.29 отличается от определения эффективной апертуры в теоретических работах [6, 8], где она определена в месте падения проходящей интенсивности в e раз. Это не совсем удобно при проведении реальных экспериментальных измерений. Профиль выходящей из линзы интенсивности представляет из себя распределение Гаусса, которое легко промеряется и оценивается по полной ширине на полувысоте распределения. Также, важно помнить, что выражение (1.29) хорошо работает лишь в случае приближения тонкой линзы. Для толстых линз стоит обратиться к иному подходу и формулам, описанным в [31].

Чтобы определить суммарное прохождение излучения через линзу, нужно проинтегрировать выражение (1.28) по всей апертуре линзы, нормируя на эту же апертуру:

$$\begin{aligned} T_{1D} &= \frac{1}{A} \int_{-A/2}^{A/2} \exp\left(-\mu N \left(d + \frac{y^2}{R}\right)\right) dy = \sqrt{\frac{\pi R}{4\mu N}} \frac{\exp(-\mu Nd)}{A/2} \cdot \operatorname{erf}\left(\sqrt{\mu NR} \frac{A}{2R}\right) \cong \\ &\cong \sqrt{\frac{\pi R}{4\mu N}} \frac{\exp(-\mu Nd)}{A/2} = \frac{A_{eff}}{2A} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \exp(-\mu Nd) = T_{1D} \end{aligned} \quad (1.30)$$

где A – физическая апертура линзы, N – число двояковогнутых линз, d – толщина тонкой части линзы между вершинами парабол.

Из формул (1.22) и (1.30) видно, что, при увеличении числа линз, с одной стороны, уменьшается фокусное расстояние, а с другой стороны, растет поглощение излучения материалом и падает коэффициент пропускания. То же справедливо и для уменьшения радиуса линз. Поэтому при составлении СПЛ в экспериментальной установке нужно соблюсти правильный баланс между числом линз и их радиусом. Важную роль может сыграть и пространственный размер падающего на линзу излучения. За характеристику, описывающую способность линзы захватывать падающее на нее излучение, по сути, и отвечает эффективная апертура. Характерные значения радиусов используемых линз обычно составляют 50, 200 и 500 мкм.

Коэффициент пропускания может быть не всегда удобен для экспериментальной оценки оптических характеристик линзы. Поэтому, стоит ввести понятие коэффициента усиления G , как отношение интегральной интенсивности в плоскости изображений линзы к интегральной интенсивности, собранной с той же самой площади плоскости изображений, при отсутствии линзы на оптическом пути падающего пучка. Тогда

$$G_{1D} = \frac{I_0 A \cdot T_{1D}}{I_0 P'} = \frac{A_{eff}}{2P'} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \exp(-\mu N d) \cong \frac{A_{eff}}{P'} \exp(-\mu N d) \cdot 1.06 \quad (1.31)$$

где P' – это размер сфокусированного изображения, а I_0 – интенсивность падающего излучения на единицу площади. Как видно из формулы, коэффициент усиления линзы можно с хорошей степенью точности определять по соотношению эффективной апертуры и размера сфокусированного изображения, осуществляя поправку на поглощение излучения на перешейках одиночных линз в СПЛ.

1.3.4. Влияние шероховатости профиля на основные параметры оптической системы

Шероховатость профиля обусловлена технологическими аспектами изготовления и представляет собой высокочастотную модуляцию поверхности линзы со случайным отклонением высоты профиля Δy от среднего значения. Согласно [11], случайное отклонение профиля вызывает набег фазы падающей волны

$$\Delta\Phi = 2\pi \Delta y \frac{\delta}{\lambda} \quad (1.32)$$

Тогда, такая фазовая модуляция волнового фронта, вызванная шероховатостью, будет приводить к изменению интенсивности в точке фокусировки. Для двух случайных отклонений профиля поверхности в точках 1 и 2 изменение интенсивности I_0 может быть записано, как:

$$I_r = I_0 \exp(-i(\Delta\Phi_1 - \Delta\Phi_2)) \quad (1.33)$$

Ввиду того, что такие отклонения статистически независимы, можно описать их нормальным распределением, а саму шероховатость охарактеризовать среднеквадратичным отклонением τ . Тогда, усредняя выражение (1.33) по всем точкам профиля:

$$I_r = I_0 \exp(-(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) \quad (1.34)$$

Принимая во внимание то, что N двояковогнутых линз в СПЛ содержат $2N$ элементов поверхности, получим выражение

$$I_r = I_0 \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) \quad (1.35)$$

характеризующее ослабление интенсивности, возникающее при рассеянии излучения на шероховатости поверхности СПЛ. Тогда, выражения (1.30) и (1.31) соответственно переходят в:

$$T_{1D} = \sqrt{\frac{\pi R}{4\mu N}} \frac{2}{A} \exp(-\mu Nd) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) = \frac{A_{eff}}{2A} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \exp(-\mu Nd) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) \quad (1.36)$$

$$G_{1D} = \frac{A_{eff}}{2P'} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \exp(-\mu Nd) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) \cong \frac{A_{eff}}{P'} \exp(-\mu Nd) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\tau)^2) \cdot 1.06 \quad (1.37)$$

1.4. Двумерные параболические преломляющие линзы

Как было показано в предыдущих параграфах, сферические линзы обладают сильными сферическими аберрациями. Для минимизации данного негативного эффекта и применения параболического приближения, обычно используют лишь центральную часть апертуры линзы, а радиус кривизны такой линзы, R , делают большим, чтобы увеличить апертуру $A = 2R$, и, как следствие, используемую центральную часть. Также, было продемонстрировано, что, в случае параболического профиля, такой проблемы не возникает и возможно использовать всю апертуру линзы без ограничений. Ввиду того, что параболическая линза является более тонкой, чем сферическая, она обладает лучшим коэффициентом пропускания, а, следовательно, и эффективной апертурой, и коэффициентом усиления.

Одномерная линза производит построение изображения объекта лишь в одном пространственном направлении и не может использоваться для построения изображения реальных объектов, которые всегда, как минимум, двумерны. Из многовекового опыта создания линз для видимого света известно, что изображающая линза должна иметь профиль фигуры вращения. Переноса эти рассуждения на рентгеновскую оптику, в данной главе будут рассмотрены принципы работы двумерных преломляющих рентгеновских линз с профилем в виде параболоида вращения.

1.4.1. Фокусное расстояние и передача изображения

Фокусное расстояние двумерной параболической СПЛ может быть определено точно так же, как и для одномерной, описанной в параграфе 1.3.1. Тогда,

$$F = \frac{R}{2N\delta} \quad (1.38)$$

где R – это параметр (радиус) параболы, N – число двояковогнутых одиночных линз в СПЛ и δ – декремент показателя преломления материала, из которого изготовлена линза. Как обговаривалось ранее, все линзы в данной работе считаются тонкими, а полученные формулы – верны в этом приближении. Аналогично п. 1.3.2, двумерная линза подчиняется формуле линзы

$$\frac{1}{F} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} \quad (1.39)$$

где L_1 – это расстояние от объекта до линзы, а L_2 – расстояние от линзы до изображения (рис. 1.17). Размеры получаемого изображения P' связаны с размером объекта P через фактор увеличения M или фактор уменьшения D линзы

$$P' = MP = \frac{L_2}{L_1} \cdot P = \frac{P}{D} = \frac{P}{L_1/L_2} \quad (1.40)$$

Данные формулы могут использоваться в приближении геометрической оптики, в котором пренебрегается дифракционными эффектами. Однако, как будет показано ниже, при передаче изображения двумерной линзой, особенно в режиме микроскопии, полезно понимать основные ограничения, накладываемые дифракционными эффектами и их влияние на размер получаемого изображения.

1.4.2. Эффективная и числовая апертура, коэффициенты пропускания и усиления двумерной линзы

Аналогично п. 1.3.3, для N параболических двумерных линз, составленных в СПЛ, в параксиальном приближении коэффициент пропускания тонкого слоя на расстоянии y от оптической оси равен

$$T(y) = \exp(-\mu N d) \exp(-\mu N \cdot \frac{y^2}{R}) \quad (1.41)$$

А эффективная апертура определяется, как характеристика способности оптической системы к приему и передаче падающего на нее излучения. Она равна геометрическому месту точек y , в которых интенсивность прошедшего через линзу излучения падает в два раза по сравнению с интенсивностью, прошедшей через точку $y = 0$ (вершина параболоида)

$$A_{eff} = \sqrt{\frac{4R \ln 2}{\mu N}} = \sqrt{8 \ln 2 \frac{\delta}{\mu} F} \quad (1.42)$$

Вторая часть формулы 1.42 полезна для сравнения эффективной апертуры алюминия, алмаза и бериллия, как материалов, наиболее подходящих для изготовления преломляющих двумерных линз. Пусть желаемое фокусное расстояние СПЛ составляет $F = 10$ м. Тогда, можно получить зависимости $A_{eff}(E)$, представленные на рис. 1.18. Видно, что бериллий является наиболее выгодным материалом в энергетическом диапазоне до ~ 50 кэВ. Тем не менее, алмаз не сильно ему уступает, а в энергетическом диапазоне выше 50 кэВ имеет почти схожие значения эффективной апертуры. Очень важно отметить то, что длиннофокусные ($F = 10$ м) алмазные линзы обладают эффективной апертурой более 500 мкм на энергиях свыше 8 кэВ. Из этого следует, что такие линзы будут пригодны для первичной обработки, передачи, коллимации или пре-фокусировки излучения, размером менее 500 мкм (рис. 1.8), испускаемого источниками рентгеновского излучения нового поколения (параграф 1.1.2).

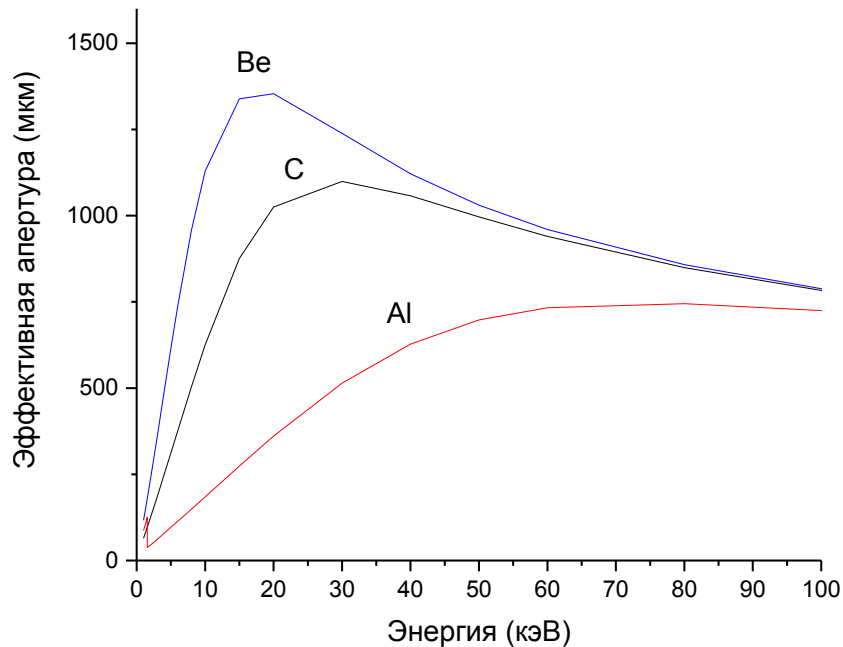


Рис. 1.18. Зависимости эффективной апертуры линз, изготовленных из разных материалов, от энергии излучения при фокусном расстоянии 10 метров.

Также, можно определить числовую апертуру, как

$$N.A. = \arctg\left(\frac{A_{eff}}{2L_1}\right) = \frac{A_{eff}}{2L_1} \quad (1.43)$$

Функция арктангенса была опущена, так как, как правило, для рентгеновской оптики преломления $A_{eff} \ll L_1$, и арктангенс малого аргумента с хорошей степенью точности равен самому аргументу. Как будет показано далее, подобно оптике и микроскопии видимого света, числовая апертура является показателем разрешающей способности объектива-линзы.

Чтобы определить суммарное прохождение излучения через линзу, нужно проинтегрировать выражение (1.41) по всей апертуре линзы A , нормируя на площадь этой апертуры:

$$T_{2D} = \frac{1}{(\pi \frac{A}{2})^2} \int_0^{A/2} \exp\left(-\mu N \left(d + \frac{y^2}{R}\right)\right) 2\pi y dy = \frac{4R}{\mu N A^2} \exp(-\mu N d) \left(1 - \exp\left(-\frac{\mu N A^2}{4R}\right)\right) = \frac{A_{eff}^2}{A^2 \ln 2} \exp(-\mu N d) \left(1 - \exp\left(-\frac{A^2 \ln 2}{A_{eff}^2}\right)\right) \quad (1.44)$$

где d – ширина тонкой части между вершинами параболоида. Если ввести шероховатость линзовой поверхности со среднеквадратичным отклонением τ , описанную в параграфе 1.3.4, то:

$$T_{2D} = \frac{A_{eff}^2}{A^2 \ln 2} \exp(-\mu N d) \left(1 - \exp\left(-\frac{A^2 \ln 2}{A_{eff}^2}\right)\right) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda} \tau)^2) \quad (1.45)$$

Выражение может быть существенно упрощено в случае $A_{eff} \ll A$. Тогда, $\exp\left(-\frac{A^2 \ln 2}{A_{eff}^2}\right) = 0$ и

$$T_{2D} = \frac{A_{eff}^2}{A^2 \ln 2} \exp(-\mu N d) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda} \tau)^2) \quad (1.46)$$

При фокусировке излучения с интенсивностью I_0 , в плоскости изображений линзы интенсивность увеличивается в G раз. Этот фактор усиления линзы может быть определен как отношение интегральной интенсивности в плоскости изображений к интегральной интенсивности в этой же плоскости с той же самой площадью, при отсутствии линзы на пути прохождения излучения. Так как форма получаемых изображений зависит от формы объекта и, в общем случае, может быть какой угодно, мы рассмотрим случай прямоугольного изображения с вертикальным и горизонтальным размерами - P'_V и P'_H , соответственно. Тогда:

$$G_{2D} = \frac{I_0 A^2 \cdot T_{2D}}{I_0 P'_V P'_H} = \frac{A^2 \cdot T_{2D}}{P'_V P'_H} \xrightarrow{A_{eff} \ll A} G_{2D} = \frac{A_{eff}^2}{P'_V P'_H \ln 2} \exp(-\mu N d) \exp(-2N(\frac{2\pi\delta}{\lambda} \tau)^2) \quad (1.47)$$

Важно отметить, что в реальной экспериментальной схеме непосредственно перед линзой могут устанавливаться щели (симметричные, в случае использования двумерных линз) для коллимации излучения, падающего на линзу. Тогда, для определения коэффициента усиления по формулам 1.31, 1.37 и 1.47 вместо A_{eff} стоит учитывать размер щелей A_s в случае, если $A_s < A_{eff}$.

1.4.3. Дифракционный предел получаемого изображения, разрешающая способность объектива и глубина фокуса

В силу волной природы света, для рентгеновской преломляющей линзы существует дифракционный предел, который ограничивает применение геометрического подхода и задает минимально достижимый размер получаемого изображения. Согласно [32, 33], выражение для дифракционного предела может быть получено при нахождении Фурье-образа функции

пропускания T . Изображение, получаемое в силу дифракционных эффектов, имеет профиль распределения Гаусса с полной шириной на полу-высоте (FWHM):

$$P'_{dif} = \sqrt{2 \ln 2} \sqrt{\frac{\mu N}{2R} \frac{\lambda}{\pi}} = \frac{2 \ln 2}{\pi} \frac{\lambda L_2}{A_{eff}} \approx 0.44 \frac{\lambda L_2}{A_{eff}} \quad (1.48)$$

где λ – длина волны фокусируемого излучения. Тогда, с учетом дифракционных свойств линзы, реальный размер получаемого изображения может быть найден как

$$P'_r = \sqrt{(P')^2 + (P'_{dif})^2} \quad (1.49)$$

При использовании линзы в качестве объектива, в силу принципа обратимости, его разрешающая способность может быть получена из выражения 1.48 простой заменой L_2 на L_1 :

$$P_{res} \approx 0.44 \frac{\lambda L_1}{A_{eff}} = 0.22 \frac{\lambda}{N.A.} \quad (1.50)$$

Данное выражение описывает минимальный размер объекта, который еще может быть различим линзой. Как видно, он связан только с длиной волны и числовой апертурой $N.A.$ Таким образом, для увеличения разрешающей способности объектива, полезно использовать высокоэнергетическое излучение с малой длиной волны, которое, в придачу, увеличит числовую апертуру за счет увеличения эффективной апертуры из-за меньшего поглощения излучения материалом. Альтернативой увеличению энергии, может служить использование материала с меньшей поглощающей способностью, что увеличит эффективную апертуру и разрешающую способность на данной энергии. С этой точки зрения, для реализации экспериментов по рентгеновской микроскопии, на первый взгляд, алмаз уступает бериллию (рис. 1.18) в диапазоне энергий до 50 кэВ. Те же самые соображения применимы к значениям дифракционного предела, а, соответственно, и возможности фокусировки излучения в субмикронный размер.

В качестве примера можно рассчитать дифракционный предел и разрешающую способность для двумерной параболической алмазной СПЛ ($N = 6$) с радиусом параболы $R = 200$ мкм и геометрической апертурой $A = 1$ мм. Для энергии падающих лучей 15 кэВ ($\lambda = 0.83$ Å, $\mu = 0.00028$ мкм⁻¹), диаметр эффективной апертуры $A_{eff} = 575$ мкм и фокусное расстояние $F = 5.2$ м. Пусть $L_1 = 57$ м, тогда, из формулы тонкой линзы, $L_2 = 5.7$ м. Получаем для дифракционного предела значение $P'_{dif} = 0.4$ мкм, а для разрешающей способности – $P_{res} = 3.6$ мкм. Как обсуждалось ранее, для достижения такого же фокусного расстояния в экспериментальной схеме при фокусировке бериллиевой оптикой, нужно использовать в два раза большее число линз из-за двойной разницы в декременте показателя преломления алмаза и бериллия. Тогда, при той же энергии и расстоянии L_1 , СПЛ из $N=12$ бериллиевых линз с радиусом $R=200$ мкм будет иметь следующие параметры: $\mu = 5.7 \cdot 10^{-5}$ мкм⁻¹, $A_{eff} = 900$ мкм, $F=5.5$ м, $L_2 = 6.1$ м, $P'_{dif} = 0.2$ мкм, $P_{res} = 2$ мкм. Сравнение полученных выше результатов позволяет сделать вывод о том, что бериллиевые и алмазные линзы (с идеальным профилем поверхности) имеют довольно схожие

параметры. Они плохо приспособлены для нано-фокусировки, в отличие от кремниевых планарных линз, описанных в работах [11, 34]. Однако, за счет большей эффективной апертуры и более развитой технологии обработки (даже с учетом исследований, проведенных в данной работе), бериллиевая оптика имеет преимущество при использовании в режиме микроскопии.

Глубиной фокуса оптической системы [35] называется расстояние, на которое можно сместить плоскость изображений линзы вдоль её оптической оси так, чтобы размер изображения и его резкость остались неизменными. Понятие глубины фокуса тесно связано с понятием дифракционного предела (формула 1.48). Другими словами, так как пучок лучей, падающих от точечного источника света, будет сфокусирован линзой не в материальную точку, а в конечный размер, P'_{dif} , то эта фокусировка может быть достигнута в интервале расстояний $(L_2 - \Delta L; L_2 + \Delta L)$ вдоль оптической оси. Из геометрических соображений:

$$\Delta L = P'_{dif} \frac{L_2}{A_{eff}} \approx 0.88 \frac{\lambda L_2^2}{A_{eff}^2} \quad (1.51)$$

Тогда, для примера, приведенного в предыдущем абзаце для алмазных линз, $\Delta L = 5$ мм. Глубина фокуса такого порядка позволяет легко и быстро находить наиболее резкое изображение на детекторе при выполнении рентгенооптических экспериментов с линзами.

1.4.4. Хроматические aberrации

В предыдущих параграфах волна, падающая на линзу, считалась строго монохроматической с длиной волны λ (или энергией фотонов E). В общем случае, это не совсем так. Рассмотрим падающую волну, спектр которой содержит в себе энергетический интервал $(E - \frac{\Delta E}{2}, E + \frac{\Delta E}{2})$. Так как фокусное расстояние преломляющей линзы энергезависимо, то дифференцируя выражение (1.38) для фокусного расстояния по энергии E , с подстановкой в него δ из (1.10), можем получить:

$$\frac{\Delta F}{F} = 2 \frac{\Delta E}{E} \quad (1.52)$$

Тогда, из геометрических соображений (рис. 1.19) можно найти возникающее замазывание изображения

$$\Delta P' = \frac{A_{eff} \Delta F}{F + \Delta F} \approx \frac{A_{eff} \Delta F}{F} = \frac{2 A_{eff} \Delta E}{E} \quad (1.53)$$

При выводе формулы был использован тот факт, что в реальных экспериментальных условиях при использовании преломляющих линз $\Delta E \ll E$ и, следовательно, $\Delta F \ll F$. При работе с монохроматическим излучением на синхротронных источниках $\frac{\Delta E}{E} \approx 10^{-3} - 10^{-4}$ и хроматическими aberrациями можно пренебречь.

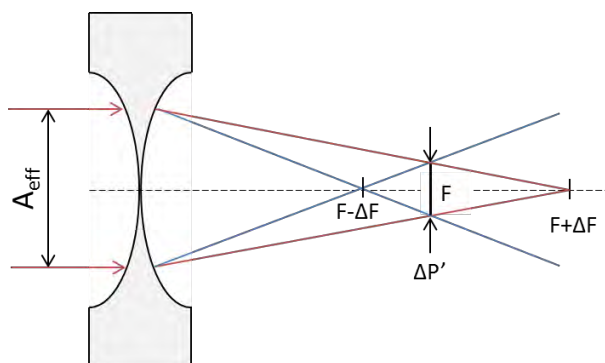


Рис. 1.19. Схематическая иллюстрация хроматических aberrаций.

1.5. Исследования, посвященные созданию преломляющих рентгеновских линз из алмаза

Ранее было показано, что алмаз, бериллий и алюминий являются наиболее выгодными материалами для производства преломляющей рентгеновской оптики. С момента создания первых преломляющих рентгеновских линз в 1996 году, алюминиевая и бериллиевая оптика сделала мощный рывок в своем развитии. На сегодняшний день она представлена одно- и двумерными линзами с высоким качеством профиля, нано-размерной шероховатостью поверхности, различными радиусами (от 50 до 1000 мкм) параболического (а иногда и сферического) профиля [6, 33, 36-42]. Бериллиевая оптика используется для широкого спектра экспериментальных задач, например, для рентгеновской нано-интерферометрии [43-46], высоко-разрешающей микроскопии и томографии [47-58], микроскопии стоячих волн [7], высоко-разрешающей дифракции [59], экспериментов с высоким давлением, магнитными свойствами молекул [60] и так далее.

Переходя к алмазу, основным препятствием для его использования в качестве оптического линзового материала, являлась сложность его обработки: алмаз одновременно является очень твердым элементом периодической системы и химически инертным. На протяжении последнего десятилетия, было предпринято несколько попыток изготовления планарных алмазных линз для нано-фокусирующих целей, в основном с использованием поликристаллического алмаза.

Первые планарные алмазные линзы [61] были сделаны технологией литьевого формования [62, 63]. Данная технология основана на первоначальной заготовке негативной кремниевой формы методами фотолитографии и глубокого плазменного травления. Затем, с помощью химического осаждения из газовой фазы, на такую подложку напыляется поликристаллический алмаз. После этого, кремний удаляется химическим путем, оставляя лишь свободный слой алмаза. Так, в данной работе были продемонстрированы планарные линзы с

апертурой $A = 1$ мм, радиусом кривизны параболы $R = 5$ мкм и толщиной структуры 100 мкм. Такой малый радиус кривизны приводил к возрастающей длине линзы вдоль оптической оси, что сильно сказывалось на поглощении. Однако, основными проблемами такой линзы были: невертикальность боковых стенок и сравнительно низкая апертура (толщина) в одном из направлений (100 мкм). Невертикальность боковых стенок и малая толщина следовала из самого технологического процесса заготовки кремниевой подложки. Процессы травления кремния оптимизированы для достижения практически идеальной вертикальности при заданном аспектном отношении (ширина/высота протрава), однако в процессе травления канавки с параболическим профилем, в каждой секущей такого профиля аспектное отношение изменяется [64], приводя к разной степени невертикальности стенок. Сильно выраженная зернистость поликристаллического материала была еще одним фактором, оказывающим негативное влияние на пропускание и теплопроводность линзы. Все вышеперечисленное сказалось на качестве фокусировки такой линзы – был получен неоднородный и зашумленный фокус с большим вкладом диффузного, мало-углового рассеяния по периферии. Из-за невертикальности боковых стенок (приводящих к сферическим aberrациям разных частей линзы) наблюдалось даже раздвоение фокуса.

За описанной выше работой последовали различные попытки улучшения качества поверхности. Так, для изготовления кино-формных планарных преломляющих линз из поликристалла алмаза в работах [65, 66] были использованы методы реактивного ионного травления (RIE) и электронного-лучевой литографии. Киноформный профиль поверхности преломляющей линзы подробно описан в работе [10] и представляет собой модифицированный параболический профиль с удаленными поглощающими частями материала при сохранении необходимых фазовых соотношений для проходящего волнового фронта. Основным недостатком такого подхода является резко возрастающее число интерфейсов линзы, что, в условиях отсутствия идеальной технологии обработки алмаза, приводит к сильным искажениям волнового фронта и фокуса линзы. Было изготовлено несколько линз с глубиной протрава 40 мкм и апертурами 100, 500 и 1000 мкм в работе [65], и с глубиной протрава 14 мкм и апертурой ~ 500 мкм в работе [66]. По-прежнему, основной проблемой таких линз являлась невертикальность стенок (с наклоном до 80 градусов в [65]). Тут же стоит отметить и очень большую шероховатость боковой поверхности стенок линз.

Поликристаллические алмазные линзы с пилообразным профилем (частный случай киноформного профиля) описаны в работе [67] и обладают всеми вышеописанными недостатками. Кроме того, они сложны в производстве, что существенно усложняет их широкое использование.

Последующие попытки улучшения качества алмазных линз были более обещающими. Параболические планарные линзы в работах [68-70], произведенные методом литьевого формования из поликристаллического алмаза показали улучшенное качество поверхности, однородность материала и вертикальность боковых стенок с достижением минимального размера фокусировки 210 нм [70] при энергии падающего на линзу излучения 11 кэВ. Тем не менее, полученное значение, примерно, в три раза отличалось от теоретически ожидаемого, 82 нм. Также, толщина линзы составляла 30 мкм при апертуре 200 мкм.

В начале данной главы было показано, что расходимость источников синхротронного излучения четвертого поколения (как, например, обновленный ESRF) - порядка 10 -20 мкрад. При минимальном возможном расстоянии источник – линза 25м (в силу конструктивных особенностей синхротрона), это дает минимальный размер проекции источника, равный 250 - 500 мкм. Тогда, чтобы сфокусировать всё излучение без потерь, длиннофокусная алмазная линза должна обладать, по крайней мере, не меньшей апертурой и шириной. Также, оптическая производительность поликристаллических линз, изготовленных литьевым формованием, неизбежно ограничена рядом факторов - сильным диффузным рассеянием рентгеновских лучей на случайно ориентированных алмазных зернах, сформировавшихся в процессе роста алмазной пластины; формой и шероховатостью боковых стенок протравленной “маски” и, при определенных условиях, возможностью перехода алмаза в другие состояния углерода вместо его удаления с поверхности в процессе травления. Более того, технологии кремниевой микроэлектронной промышленности достигли настолько высокого уровня, что это не могло не оказать влияние на разработку кремниевой планарной нано-фокусирующей оптики [11, 64, 71-76]. Из-за отлаженной технологии производства, кремниевые линзы являются, на сегодняшний день, коммерчески доступными и алмазные планарные преломляющие нано-линзы не способны конкурировать с кремниевыми аналогами по качеству и фокусирующей способности. Наконец, основными причинами для выбора алмаза в качестве рентгенооптического материала остаются его отличные тепловые свойства, что отнюдь не является самым значимым для нано-фокусирующей оптики.

Тепловая и радиационная стойкость материала алмаза

Полезно обсудить термические свойства алмазного материала более подробно, так как именно тепловая стойкость материала является определяющей при использовании длиннофокусных преломляющих линз для передачи излучения в “горячих” секциях рентгеновских источников нового поколения. Общепринятым названием таких секций является термин “front-end”. На современных синхротронах, они расположены на расстоянии 25-30 м от

источника излучения (ондулятор или поворотный магнит). Актуальной задачей является установка преломляющих оптических элементов в данные секции, так как линзы способны совершать пре-фокусировку и преобразование излучения из расходящегося в сходящееся. Однако, распространяясь от источника, излучение несет в себе большую мощность, так как оно еще не прошло через монохроматор и энергетические фильтры. Поэтому, оптические элементы должны изготавливаться из термостойких материалов. Здесь, алмаз является чрезвычайно привлекательным для использования. Его отличные тепловые свойства были доказаны при эксплуатации алмазных монохроматоров [77-80] для высокомощного излучения, зеркал [81], монохроматоров для лазеров на свободных электронах [82-84].

Алмаз обладает высокой теплопроводностью (k), низким коэффициентом теплового расширения (α), высокой температурной стабильностью и химической инертностью. Точные значения теплопроводности алмаза при разных температурах могут быть найдены в [85]. Все материалы могут быть термо-механически упорядочены в соответствии с их добротностью (k/α) [79, 86]. При комнатной температуре k/α алмаза приблизительно в 100 раз выше, чем у бериллия. Коэффициент теплового расширения, также, играет важную роль, так как влияет на фокусирующие свойства линзы. При изменении температуры (ΔT) одиночной двояковогнутой преломляющей линзы с радиусом R и декрементом показателя преломления δ , происходит увеличение фокуса на величину ΔF :

$$\Delta F = \frac{\alpha R}{2\delta} \Delta T \quad (1.54)$$

Согласно [87], коэффициент теплового расширения бериллия (α) может превышать алмазный более, чем в 10 раз (рис. 1.20). Это означает, что алмазные линзы способны подвергаться гораздо большим температурным нагрузкам и перепадам при сохранении фокусирующих свойств. Сюда же стоит добавить и рекристаллизацию бериллия при температуре выше 300° по Цельсию. Процесс рекристаллизации приводит к нарушению параболической формы линзы и деградации её оптических свойств [88],[89]. Алмаз же, напротив, стабилен в температурном интервале до 1400° С в вакууме. Однако, даже такие значения температуры трудно достижимы на источниках рентгеновского излучения ввиду требований безопасности по охлаждению рентгенооптических элементов во “front-end” секциях. Рабочая температура может составлять до 500° С.

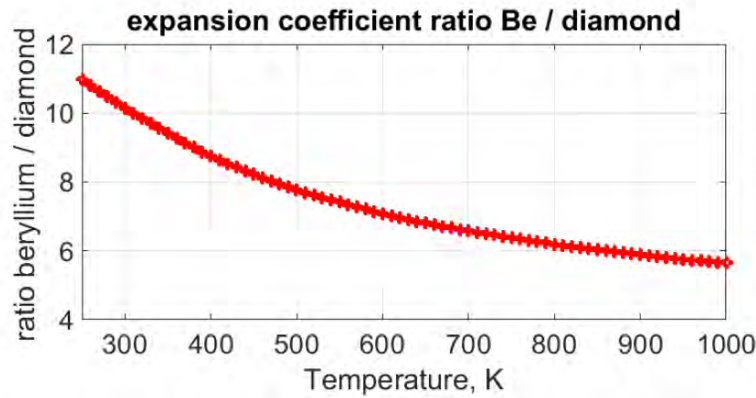


Рис. 1.20. Отношение коэффициента теплового расширения бериллия к алмазу при различных температурах. Рисунок заимствован из [87].

Наилучшим примером будет демонстрация характерных тепловых нагрузок, которые будут испытывать линзы на синхротронных источниках 4-го поколения и лазерах на свободных электронах. Вычисления были представлены в работе [87], где авторы производят сравнения нагрева алмазных и бериллиевых линз. Были рассмотрены одиночные двояковогнутые параболические линзы с апертурой 1 мм и радиусом 200 мкм, на которые падает излучение с различной мощностью (рис. 1.21). По условиям задачи, осуществлялось водяное охлаждение краёв линзы с теплоотводом 13 кВт/м²/К.

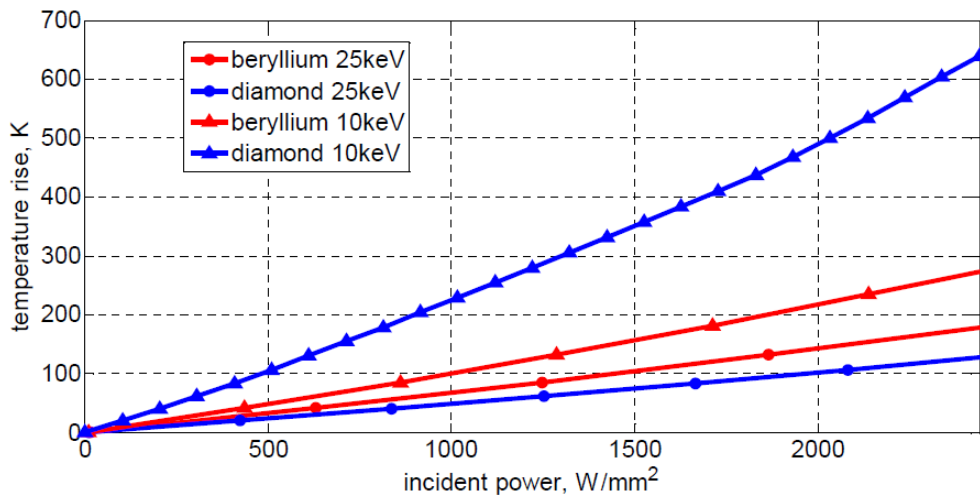


Рис. 1.21. Зависимость изменения температуры в двояковогнутых алмазных и бериллиевых линзах для различных энергий и мощности падающего излучения. Рисунок заимствован из [87].

Видно, что, ввиду большего коэффициента поглощения, алмаз нагревается сильнее бериллия при энергиях менее 18 кэВ (данное предельное значение может меняться в зависимости от радиуса и количества линз в схеме). Однако, даже ввиду большего нагрева, алмаз выигрывает с оптической точки зрения, так как его фокусное расстояние деградирует слабее, согласно

формуле 1.54. Резюмируя, можно отметить перспективность и целесообразность использования алмазных преломляющих линз во “front-end” секциях, по сравнению с бериллиевыми аналогами, которых, в придачу, необходимо в два раза больше для достижения заданного фокусного расстояния.

Постановка задач исследования

Таким образом, из главы №1 напрямую следует постановка задач исследования:

- Поиск наиболее подходящей (-их) технологии (-й) обработки алмаза и ее (их) применение к производству преломляющих рентгеновских линз с апертурой и шириной, порядка нескольких сот микрон и более. Отладка технологических условий для достижения хорошего качества профиля линз, с минимальной шероховатостью.
- Тестирование получаемых экспериментальных образцов методами оптической, сканирующей электронной, атомно-силовой микроскопии, рентгеновской томографии, высокоразрешающей рентгеновской топографии и другими неразрушающими методами контроля. Анализ и сравнение получаемых результатов для выявления наиболее информативного метода анализа. Обязательна проверка производительности каждого рентгенооптического элемента в фокусирующем и изображающем режимах на лабораторных источниках рентгеновского излучения и источниках синхротронного излучения третьего поколения. Результаты тестов должны помогать в осуществлении корректировки производственных процессов для повышения качества изготовления, улучшения качества профиля и понижения шероховатости поверхности.
- Исследование влияния моно- и поликристаллической структуры материала алмаза на эффективность передачи рентгеновского излучения.
- Исследование возможных приложений алмазной преломляющей оптики во “front-end” секциях источников рентгеновского излучения новых поколений.

В ходе научно-производственной работы, основные усилия должны быть сконцентрированы на разработке длиннофокусных алмазных линз для “front-end” секций с целью первичной пре-фокусировки излучения в характерные размеры порядка нескольких десятков микрон. Для этих целей достаточность апертуры линзы (в т.ч. эффективной) и качества материала играют основную роль, при возможности допущения некоторой неидеальности поверхности и профиля линз.

Глава 2. Алмазные преломляющие рентгеновские линзы с большой апертурой

2.1. Изготовление преломляющих линз методом лазерной абляции алмаза

В главе 1 были отмечены предшествующие работы, посвященные производству алмазной преломляющей оптики с очень малой апертурой методами химического и ионно-плазменного травления. Там же были подробно описаны недостатки такого подхода, которые, в двух словах, можно сформулировать следующим образом - ввиду гораздо меньшей интенсивности развития алмазной электронной промышленности по сравнению с кремниевой, технологии ионно-плазменного травления алмаза развиты слабее и не подходят для производства широко-апертурной преломляющей рентгеновской оптики. Лазерная обработка, напротив, может быть предпочтительнее для производства преломляющих линз, так как успешно зарекомендовала себя в качестве простого и быстрого метода обработки алмаза.

Вскоре после изобретения лазеров, стало понятно, что лазерный луч может быть эффективным средством для удаления материала. С помощью однократного прохода высокомоощного лазерного луча стало возможным осуществлять сверление и обработку как металлических, так и неметаллических материалов, что открывало, по истине, новые возможности для машиностроения. Однако, со временем стало очевидно, что существенное повышение точности и качества микро-обработки материала возможно лишь при уменьшении диаметра и мощности лазерного луча и сама обработка, в этом случае, должна осуществляться поэтапно, в несколько повторений. Принцип поэтапности лежит в основе таких методов лазерной обработки, как: ударное сверление, когда отверстие в материале возникает под воздействием нескольких лазерных импульсов незначительной продолжительности и энергии; кольцевое сверление, где начальное отверстие малого радиуса формируется ударным сверлением и, затем, лазерный луч увеличивает начальное отверстие до желаемого радиуса, несколько раз перемещаясь по увеличивающейся круговой траектории. Сюда же стоит добавить и спиральное сверление, в ходе которого лазерный луч изначально перемещается по круговой траектории по материалу, все более в него погружаясь, что можно сравнить со спуском по винтовой лестнице. При спиральном сверлении, для улучшения качества реза возможны несколько проходов луча по траектории, а также корректировка фокуса для достижения заданной вертикальности боковых стенок.

Объем материала, удаляемого лазерным лучом, пропорционален диаметру луча и расстоянию, на которое луч проникает в материал. В алмазе, глубина проникновения лазерного луча является функцией длины волны лазера (т.н. оптическая компонента) [90] и функцией, т.н.,

тепловой компоненты, отвечающей за расстояние распространения теплового взаимодействия луча и материала [91]. В общем случае, при длительностях импульса > 10 пс, глубина теплового взаимодействия уменьшается при уменьшении длительности лазерного импульса. Тогда, уменьшается и размер пораженной лазером, но не удаленной, области материала, что повышает точность обработки и обуславливает целесообразность выбора лазеров с ультракороткой длительностью импульса. Тут важно отметить, что пикосекунды являются характерным временем электрон-решеточного взаимодействия в твердом теле. Поэтому, лазерные импульсы с меньшей длительностью целиком поглощаются электронами, без возможности мгновенной передачи энергии решетке. С одной стороны, это приводит к тому, что дальнейшее уменьшение длительности лазерного импульса уже не влечет за собой уменьшение размера области теплового взаимодействия, ввиду конечной скорости передачи этого самого взаимодействия и развития релаксационных тепловых процессов в материале на характерных временах, превосходящих длительность лазерного импульса. С другой стороны, при энергии лазерного луча, превышающей определенный порог (порог режима абляции), такое поглощение большого количества энергии электронной системой за ультракороткий промежуток времени ведет к ионизации атомов с последующим их взаимным отталкиванием. Описанный механизм и называется лазерной абляцией, когда происходит, буквально, локальный «взрыв» материала. Лазерная абляция, сама по себе, не относится к разряду тепловых процессов, однако после завершения фемто- или пикосекундного абляционного воздействия лазера, в материале, обычно, протекают тепловые процессы (расширение, плавление, испарение), которые могут продолжаться до нескольких наносекунд. Тем не менее, интенсивность этих процессов значительно снижена и к преимуществам лазерной абляции фемто- и пикосекундными лазерами [92, 93] стоит отнести улучшенное качество получаемой поверхности с малой шероховатостью и толщиной модифицированного приповерхностного слоя.

Говоря об алмазе, важно отметить наличие остаточной графитизации, возникающей в результате теплового взаимодействия лазерного луча и материала алмаза. Толщина возникающего графитизированного слоя определяется глубиной зоны теплового взаимодействия и может достигать значений 1 мкм [94-96]. Понятно, что при уменьшении длительности импульса, уменьшается и глубина теплового взаимодействия, что способствует снижению толщины остаточного графитизированного слоя до характерных значений $10 - 100$ нм. На свойства графитизированного слоя влияет тип структуры материала (моно- или поликристалл), а также кристаллографическая ориентация зерен (в случае поликристалла) или плоскостей (в случае монокристалла) [97]. В дополнение, стоит отметить и неравномерность распределения графитизированного слоя на обрабатываемой поверхности, следующую из распределения энергии в лазерном луче. Энергия излучения, приносимая лазерным лучом на единицу площади

материала, играет важное значение. Ввиду того, что интенсивность в лазерном луче имеет Гауссовый профиль распределения, энергия на краях такого распределения, как правило, не превосходит порога абляции, что ведет к тепловой и структурной деформации, а не удалению материала. Таким образом, для увеличения качества реза, в идеале необходим хорошо сфокусированный луч со ступенчатым распределением интенсивности.

Резюмируя вышесказанное, можно сказать, что лазерная абляция алмаза должна происходить хорошо сфокусированным лазерным лучом с ультракороткой длительностью импульса (пико- и фемтосекунды) и не очень высокой интенсивностью, во избежание сильного теплового повреждения поверхности. Это обеспечивает низкий порог режима лазерной абляции (даже в ИК и видимом спектрах), пренебрежимо малую тепловую диффузию и уменьшенную толщину графитного слоя (менее 50 нм в [94]) на обрабатываемой алмазной поверхности. Положительный эффект применения ультра-коротких лазерных импульсов для прецизионной обработки алмаза был продемонстрирован в сверлении и резке с высоким аспектным соотношением [92], микро-обработке наконечников алмазных инструментов [98, 99], обработке трехмерных поверхностей [93, 100] и структурировании поверхностей в субмикронном масштабе [101].

Конечно, реальный технологический процесс осложнен большим количеством факторов. Например, лазерный луч, может уширяться из-за взаимодействия с приповерхностной атмосферой образца [102, 103], которая может быть разряжена или, наоборот, наполнена плазмой, индуцированной самим лазером. Величина таких нелинейных эффектов растет с уменьшением длительности лазерного импульса. Во внимание должна быть принята и поляризация лазера. Понятия s- и p-поляризации тесно связаны с процессом отражения (преломления) луча от (на) некой поверхности. Линейно поляризованный луч, создающий отверстие цилиндрической формы в алмазной пластине, будет s-поляризованным при отражении от стенок отверстия на тех участках окружности, где вектор поляризации перпендикулярен плоскости падения. Но если переместиться на 90° по окружности, то локальная стенка, также, повернется на 90° , и луч относительно неё окажется p-поляризованным. Согласно формулам отражения Френеля, коэффициент отражения (а значит и коэффициент поглощения) для s- и p-поляризации сильно отличаются, особенно при скользящем падении (для s-поляризации - отражение выше, а поглощение ниже). Это, в частности, приводит к известному эффекту деформации глубоких лазерных отверстий: на входе отверстие может быть круглым и соответствовать форме пучка, а на выходе оказывается овальным из-за разного отражения излучения от стенок на разных участках окружности. Представим теперь, что на гладкой поверхности стенки возникает по случайной причине ложбинка с малым радиусом кривизны. Отражение и поглощение в разных точках этой малой ложбинки, опять же, будет разным. Если

ложбинка возникнет в той области окружности, где луч имеет "макроскопическую" s-поляризацию, то разность коэффициента поглощения в разных точках ложбинки будет способствовать ее сглаживанию. В случае же возникновения ложбинки в зоне "макроскопической" p-поляризации, ложбинка, наоборот, начнет углубляться из-за той же разницы в отражении в разных ее точках и амплитуда такого волнистого рельефа увеличится при возрастании числа циклов прохода лазерного луча по заданной траектории [97]. В случае спирального сверления, луч касается стенки отверстия всегда в одной точке, которая движется по окружности, а плоскость падения, при этом, вращается. Если синхронно с движением луча вращать его поляризацию, можно добиться того, что в точке касания поляризация всегда будет оставаться постоянной. Стоит отметить, что в ряде статей [91] отмечен эффект сглаживания волнистого рельефа обработанной поверхности благодаря эффектам поляризации. Однако, авторы, не приводят точного ответа на вопрос о природе изначального образования волнистого рельефа. В статье говорится, что это возможно из-за специфического эффекта конического рассеяния, однако он возникает лишь для ультракоротких (фемтосек.) импульсов, а волнистый профиль (как будет видно далее из анализа алмазных линз) может наблюдаться и для сравнительно длинных (наносек.). Поэтому, на данный момент нет общепризнанного мнения об исходной причине подобных явлений.

Отдельного рассмотрения заслуживает и проблема получения вертикальных стенок. Так, их невертикальность обусловлена технологической сложностью испарять (аблировать) лазерным излучением участки с большим наклоном. Испарение возможно, если плотность энергии, падающей на поверхность, превышает порог абляции, который зависит как от материала, так и от параметров излучения. Когда излучение падает на наклонный участок, освещаемая поверхность оказывается больше, чем исходное сечение пучка, а, значит, эффективная плотность энергии на поверхности падает пропорционально синусу угла между поверхностью и осью лазерного пучка. Стандартный сценарий лазерной резки или сверления таков. В начале, излучение падает на плоскую поверхность перпендикулярно направлению его распространения. Далее, начинается образование кратера с наклонными стенками, так как в своём центре пучок обладает большей интенсивностью и, следовательно, в этой области выше глубина испарения. Эффективная плотность энергии на стенках снижается, но пока остается выше порога абляции, поэтому испарение продолжается, а угол наклона стенок растет. Процесс происходит до тех пор, пока эффективная плотность энергии не упадет ниже порога абляции, после чего достигнутый угол наклона стенок фиксируется, т.е. последующее облучение на него не влияет. Таким образом, чем выше начальная плотность энергии по отношению к порогу абляции, тем большей вертикальности стенки можно достигнуть (увеличив, при этом, тепловое повреждение

поверхности). Дополнительно, можно снизить негативное влияние вышеописанного процесса за счет уменьшения угла падения луча по отношению к стенке. Это реализуемо, если диаметр фокального пятна меньше, чем диаметр отверстия (реза), а, технически, ось пучка качается так, чтобы она была направлена от центра отверстия (реза) к облучаемой стенке. Аналогичный эффект может возникать самопроизвольно в глубоких отверстиях или резах (если глубина превышает рэлеевскую длину сфокусированного пучка) за счет волноводного эффекта при отражениях от стенок.

Целью данной работы не является подробное описание всех тонкостей процесса лазерной обработки алмаза, поэтому оно произведено лишь на качественном уровне, необходимом для понимания процесса производства рентгенооптических элементов. В ходе исследований, пико- и фемтосекундные лазеры были применены к производству как планарных, так и двумерных элементов преломляющей рентгеновской оптики. В данной главе будет описан весь спектр изготовленных из поли- и монокристаллического алмаза линз и представлены результаты тестов различными методами контроля.

2.1.1. Планарные линзы из монокристаллического алмаза

В первую очередь, было необходимо произвести оценку эффективности применения лазерной абляции к производству алмазной преломляющей оптики с большой апертурой. Для этого, было решено изготовить планарные линзы, а в качестве материала для изготовления линз использовать коммерчески доступные пластины монокристаллического алмаза (тип IIa), размерами $3 \times 3 \times 0.3$ мм³. Пластины были выращены методом химического осаждения из газовой фазы (CVD) и приобретены у компании “Element Six” [104]. Далее, компанией “Micro-Usinage Laser” (MUL) [105] лазерной микро-обработкой были изготовлены планарные линзы с параболическим профилем поверхности [106]. Лазерный луч падал перпендикулярно поверхности алмазной пластины (рис. 2.1, а), производя удаление материала с помощью третьей гармоники Nd-YAG лазера (длина волны 355 нм) с пикосекундной длительностью импульса. Лазер был оборудован прецизионной системой управления лучом с помощью гальванического зеркала и линейного перемещения столика для образца. Графитная фаза, возникающая из-за поглощения сфокусированного лазерного луча, обычно удаляются с поверхности струей азота под высоким давлением, однако для данных линз этот прием не использовался. Остаточный графит был удален с поверхности алмаза очисткой горячей неорганической кислотой.

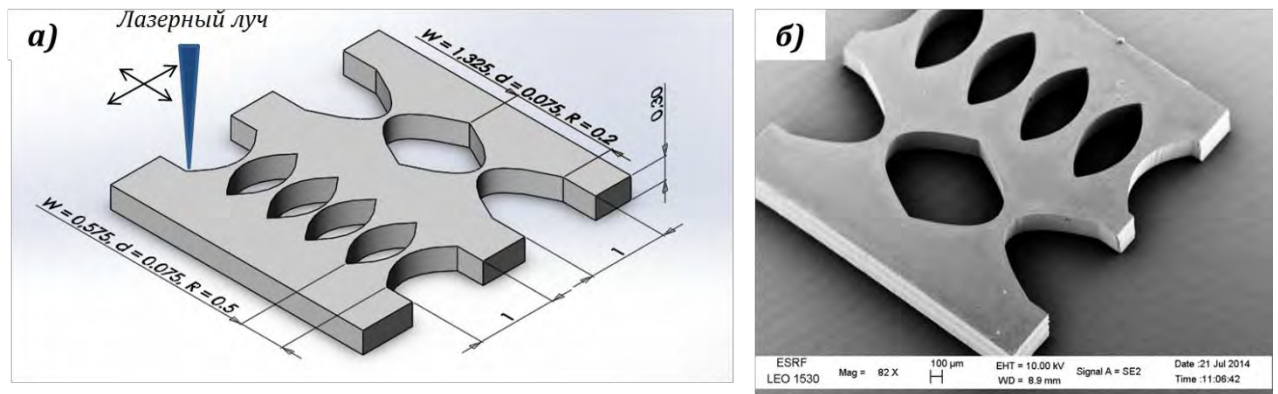


Рис. 2.1. Схематический чертеж (а) и изображение в сканирующем электронном микроскопе (б) монокристаллической алмазной пластины с планарными преломляющими линзами. W , R , d – продольный размер, радиус и толщина тонкой части одиночной линзы, соответственно. Размеры указаны в миллиметрах.

Вырезанные насквозь в пластине алмаза, две составные преломляющие линзы с различным числом одиночных линз в ряду представлены на рис.2.1. Первый ряд (СПЛ₂) состоял из двух одиночных линз с радиусом параболы 200 мкм; второй ряд (СПЛ₅) состоял из пяти одиночных линз с радиусом параболы 500 мкм. Геометрическая апертура обеих СПЛ составила 1 мм, а толщина структур равнялась толщине алмазной пластины – 300 мкм. Толщина тонкой части между вершинами парабол одиночной линзы была равна 75 мкм. Это значение может быть уменьшено, однако в данном первом тесте такое значение было выбрано для уверенности в том, что в процессе изготовления не произойдет разрушения линзы.

Было изготовлено две идентичных пластины с профилированными линзами (SET#1 и SET#2). Полученные наборы линз были протестированы методами оптической и сканирующей электронной микроскопии, а эффективность фокусировки рентгеновского излучения была протестирована на синхротронном источнике третьего поколения. Описание проведенных экспериментов будет представлено в параграфе 2.2.

Важно, что в ходе такого первичного теста было продемонстрировано, что лазерная технология является простым и эффективным способом изготовления преломляющих линз из монокристаллических алмазных пластин большой толщины (здесь – 300 мкм) и апертуры (1000 мкм). Очевидно, что толщина линз может быть увеличена при использовании более толстых пластин монокристаллического алмаза, которые коммерчески доступны и изготавливаются CVD-методом вплоть до толщин 1-2 мм, однако сложность прецизионной лазерной резки быстро возрастает с увеличением толщины – абляция алмаза сфокусированным лазерным лучом требует отстройки фокуса при изменении глубины реза.

2.1.2. Планарные линзы из поликристаллического алмаза

Сравнивая поликристаллический алмаз с монокристаллическим, можно выделить отсутствие у последнего диффузного рассеяния рентгеновского излучения на границах зерен, вакансиях, включениях и других рассеивающих центрах, что, несомненно, увеличивает интенсивность фокусируемого линзой полезного (приходящего в фокус) излучения. Однако, ввиду возможных проблем, связанных с дифракцией рентгеновского излучения в монокристалле, которые будут подробно описаны в следующей главе, использование линз из поликристаллического материала иногда может оказаться предпочтительнее для ряда экспериментальных приложений. Дополнительно, CVD-технология производства поликристаллических алмазов позволяет получать пластины больших размеров, чем при синтезе монокристаллического алмаза.

В работах [92, 94] было показано, что ультракороткие фемтосекундные импульсы обеспечивают низкий побочный нагрев и повреждение материала ударной волной, что приводит к повышенной точности реза. Сравнивая фемтосекундные импульсы с пико- и наносекундными, можно отметить у последних значительный нагрев поверхности, что вызывает такие нежелательные эффекты, как графитизацию, большой слой пораженного нагревом материала, более низкое aspectное соотношение вырезаемых отверстий, и ухудшенные оптические, электрические и механические свойства. Поэтому, для создания планарных линз из поликристаллического алмаза было решено применить лазер с фемтосекундной длительностью импульса. Линзы были изготовлены в Институте Общей Физики им. А.М. Прохорова РАН (ИОФАН). Материалом для создания линз послужила поликристаллическая алмазная пластина оптического качества. Пластина была выращена в СВЧ-плазме методом химического осаждения из газовой фазы (2 % CH_4 – H_2 газовая смесь), используя систему ARDIS-100 (Optosystems Ltd) [107]. После отделения пленки от кремниевой подложки химическим методом, была получена свободная пластина, диаметром 57 мм. Эта пластина была разрезана на более мелкие части, боковые грани которых были отполированы до значений шероховатости поверхности $\tau < 10$ нм. Итоговые размеры отполированного образца составили $8.5 \times 5 \times 0.6$ мм³. Рамановская спектроскопия не выявила признаков наличия включений аморфного углерода в материале.

Параболические элементы линз были вырезаны лазером VaryDisc50 (Dausinger + Giesen GmbH), работающем в фемтосекундном режиме: длительностью импульсов 400 фс, длиной волны – 1030 нм, частотой импульсов – 200 кГц и средней мощностью 20 Вт. Лазерный луч был сфокусирован асферической линзой (25 мм) на лицевой стороне алмазной пластины, которая была установлена на моторизованный и контролируемый компьютером столик с перемещениями в направлениях X,Y,Z. Контроллер XPS-Q4 (фирма-изготовитель Newport) позволял достигать

точных движений лазерной точки по алмазной поверхности вдоль заданной траектории с постоянной скоростью (0.1 мм/с). Получаемая конечная ширина лазерного реза (~50 мкм) была учтена при проектировании траектории движения луча для получения желаемого параболического профиля линзы. Движение лазерного луча вдоль параболической траектории было повторено 15-20 раз, хотя пластина обычно прорезается насквозь уже после пятого цикла. Такое число повторений было необходимо для улучшения качества профиля боковых стенок реза. Общее время изготовления линз в одиночной пластине составило несколько часов. Наконец, остаточная графитная фаза, сформированная в результате процесса лазерной абляции, была удалена ацетоном.

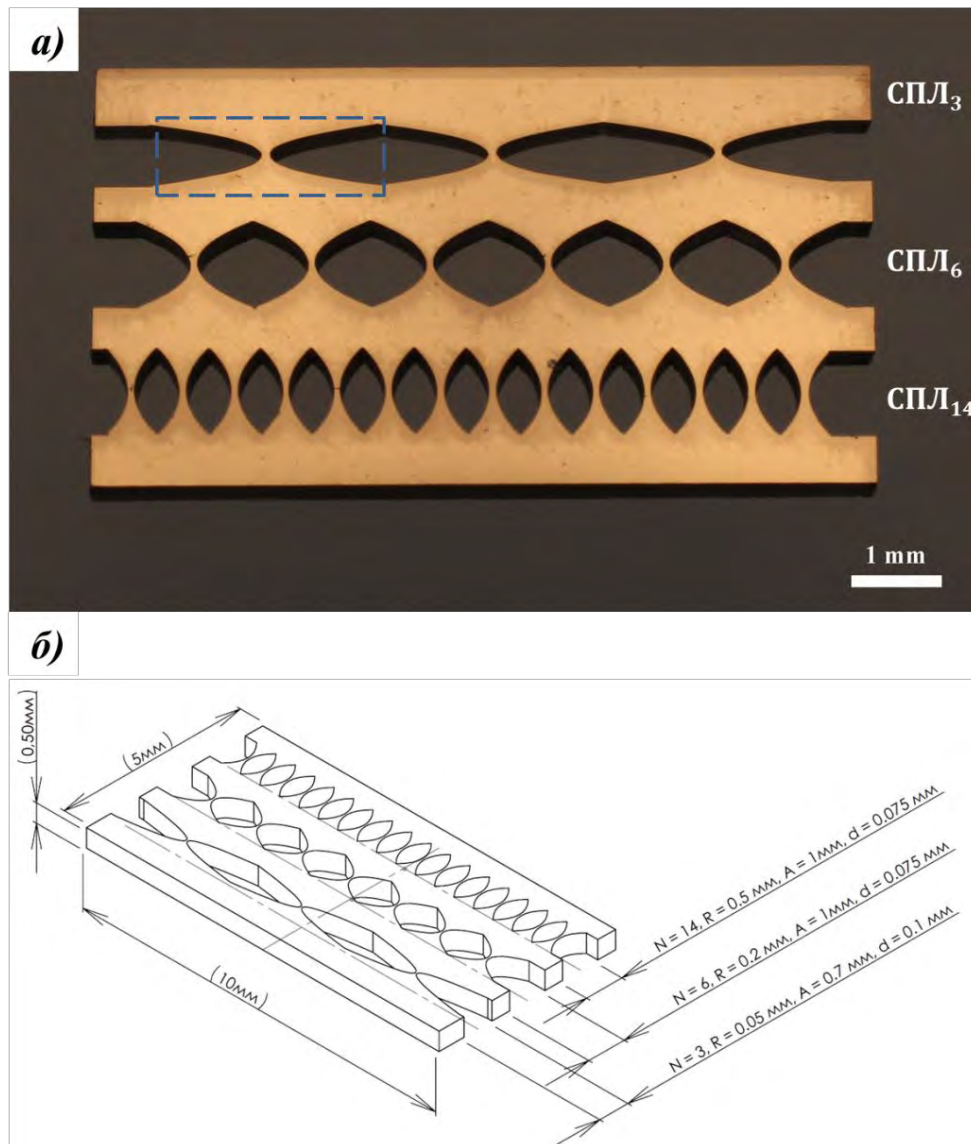


Рис. 2.2. Оптическое изображение (а) и чертеж (б) поликристаллической алмазной пластины с планарными линзами. Одиночная линза из СПЛ₃ помечена пунктирным квадратом.

В одиночной пластине алмаза были изготовлены три составные преломляющие линзы (рис. 2.2). Верхняя СПЛ₃ является набором трех одиночных линз с радиусом параболы 50 мкм

(одиночная линза отмечена на рисунке пунктирной линией). Две другие СПЛ (СПЛ₆ и СПЛ₁₄) состоят из шести и четырнадцати одиночных линз с радиусами 200 и 500 мкм, соответственно. Толщина расстояния-перешейка между вершинами парабол составила 100 мкм для СПЛ₃ и 75 мкм для двух других СПЛ. Данные значения были выбраны из соображений обеспечения механической прочности алмазной пластины при резке. Предел прочности CVD алмаза оптического качества, толщиной 0.5 мм составляет от 300 до 800 Мпа [107], в зависимости от того, какая сторона пластины (затравочная или пост-ростовая) находится под давлением.

Полученные наборы линз были протестированы методами оптической и сканирующей электронной микроскопии и Рамановской спектроскопии. Оптическая производительность наборов линз была исследована как на лабораторном источнике рентгеновского излучения с жидким анодом, так и с помощью синхротронного излучения. Более подробно результаты тестов будут описаны в параграфе 2.2.

2.1.3. Одиночные линзы из монокристаллического алмаза

Понятно, что планарные преломляющие линзы, продемонстрированные в двух предыдущих параграфах имеют важную конструктивную особенность – они жестко связаны между собой в рамках единой алмазной пластины. Это может быть как преимуществом (быстрота и легкость установки требуемого, заранее известного, набора линз для их постоянного использования в экспериментальных целях), так и недостатком – невозможность гибко изменять число одиночных линз в СПЛ для быстрой корректировки фокусного расстояния: как было отмечено в главе 1, фокусное расстояние СПЛ обратно пропорционально числу линз в СПЛ и длине волны падающего излучения. Тогда, для ряда экспериментальных задач было бы крайне полезно и универсально составлять СПЛ из набора одиночных алмазных линз, не связанных между собой физически. Именно они и будут описаны в данном параграфе.

Для производства одиночных линз был снова выбран монокристаллический CVD алмаз (тип IIa), а сами линзы были изготовлены пикосекундным Nd:YAG лазером компанией «Almax easylab» [108]. Компания предпочла не разглашать технические детали процесса производства линз. Данные линзы имели сферический профиль поверхности с радиусом кривизны, R , равным 500 мкм и геометрическую апертуру 1 мм. Толщина линзы равнялась толщине алмазной пластины, 1.2 мм, а толщина перешейка между вершинами цилиндрических линз составляла 100 мкм. На изображении линзы в сканирующем электронном микроскопе (рис. 2.3) видно хорошее качество боковых стенок линзы, а именно вертикальность и маленькая шероховатость. Вертикальность боковых стенок при большом аспектном соотношении, по всей видимости, была достигнута за счет применения спирального сверления лазерным лучом.

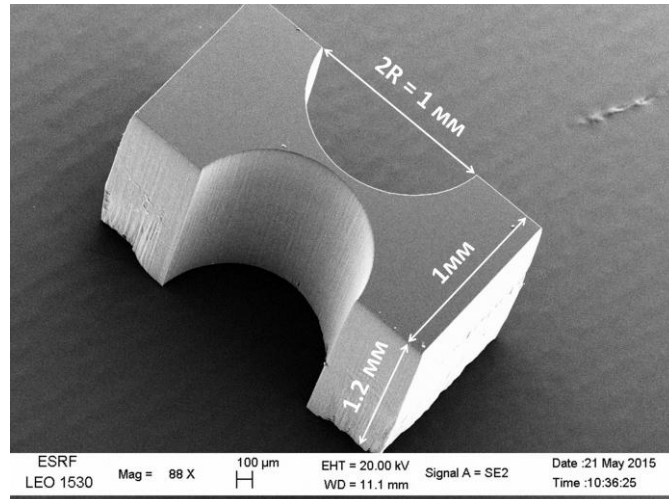


Рис. 2.3. Изображение одиночной цилиндрической алмазной линзы в сканирующем электронном микроскопе

Линзы были успешно протестированы на синхротронном источнике третьего поколения в, так называемом, «белом» (высокомощном, немонахроматическом) излучении и результаты тестов будут представлены в параграфе 2.2. Тесты в белом излучении были обусловлены тем, что, как обсуждалось ранее, алмазные преломляющие линзы рассматриваются, в первую очередь, в качестве пре-фокусирующих и пре-коллимирующих рентгенооптических элементов синхротронных источников 3-го и 4-го поколений. Соответственно, основной задачей таких линз является полная передача падающего на них излучения с характерными размерами от несколько сотен микрон до одного-двух миллиметров без потерь и искажений далее на экспериментальную станцию. Линзы, описываемые в данном параграфе, имеют апертуру 1 мм при толщине линзы, равной толщине структуры 1.2 мм. Это, как минимум, в два раза больше, чем для планарных линз, описанных в предыдущем параграфе. Однако, дальнейшее увеличение толщины прорезаемой структуры при производстве линз описанной технологией осложняется нарастанием неперпендикулярности боковых стенок, что делает такую линзу непригодной для безабберационной фокусировки рентгеновского излучения. Тогда, решением может служить изменение самой геометрии резки алмазной пластины. Вместо прорезания алмазной пластины насквозь при падении лазерного луча перпендикулярно оптической оси получаемой линзы, можно использовать такую геометрию, где лазерный луч будет параллелен её оптической оси. Для подтверждения данной гипотезы, были изготовлены линзы (а точнее, полу-линзы, с одной преломляющей поверхностью), изображенные на рис. 2.4 вместе с направлением падения лазерного луча.

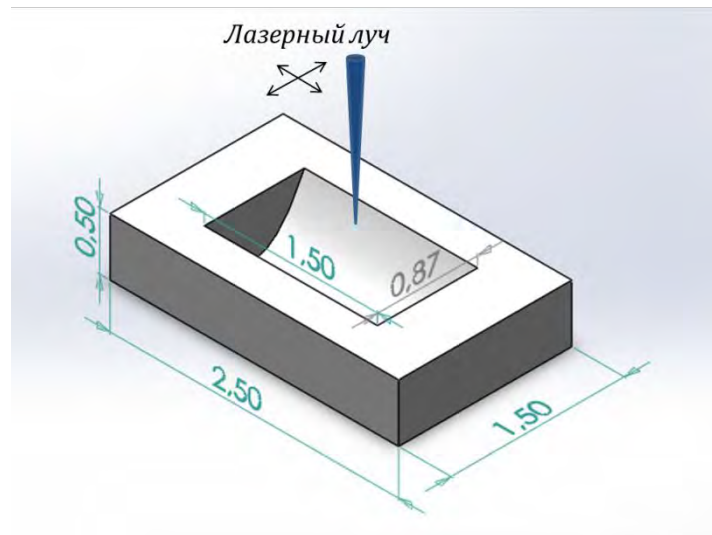


Рис. 2.4. Схематический чертеж одномерной одиночной преломляющей алмазной полу-линзы. Размеры указаны в миллиметрах. Показаны направления падения и движения лазерного луча.

Полу-линзы изготавливались из высококачественного синтетического монокристалла алмаза типа IIa. Кристаллы алмаза были выращены в Технологическом институте сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ, Троицк) с использованием метода температурного градиента при высоком давлении (5 ГПа) и высокой температуре (1750 К) (НРНТ, [109]). Затем, цельные кристаллы были разрезаны лазером с наносекундной длительностью импульса на прямоугольные пластины со следующими размерами: толщина 500 мкм, длина 2.5 мм и ширина 1.5 мм. Грани пластин были механически отполированы до уровня шероховатости поверхности, порядка 5 нм.

Параболические профили линз были вырезаны с помощью третьей гармоники Nd:YAG пикосекундного лазера (длина волны – 355 нм). Лазерный луч был сфокусирован в пятно, размером 10 мкм и двигался вдоль поверхности пластины, производя послойную абляцию материала с шагом 1 мкм. Как видно из рис. 2.4, направления движения луча и его фокус корректировались в процессе абляции для достижения желаемого параболического профиля поверхности. Время изготовления одиночной полу-линзы составляло около 15 минут при частоте лазерных импульсов 500 кГц. Радиус кривизны параболы составил $R = 200$ мкм, геометрическая апертура $A = 870$ мкм, длина линзы $L = 1.5$ мм, а толщина материала между нижней гранью пластины и вершиной параболы $d = 30 \pm 10$ мкм. Линзы были детально исследованы различными методами, в том числе на источнике синхротронного излучения третьего поколения и подробные результаты тестов будут представлены в параграфе 2.2.

Как понятно из самой геометрии изготовления одномерной полу-линзы, ее длина технологически не ограничена, в отличие от подобного направления у планарных линз, описанных в параграфах выше (рис. 2.1 - 2.3). Так, можно получать линзы с поперечными

размерами от нескольких сотен микрон до нескольких миллиметров. Однако, в отличие от планарных линз, описанных ранее, для данных полу-линз существуют ограничения на размер апертуры. Проблема заключается в том, что, при увеличении апертуры полу-линзы, исходя из геометрии параболического профиля, в его крайних точках происходит увеличение угла наклона профиля относительно лазерного луча, что негативно влияет на эффективность абляционного процесса. Обработка поверхности происходит эффективно вплоть до углов порядка 70 градусов. Тогда, для увеличения апертуры можно увеличить радиус параболы, что уменьшит угол между поверхностью и лазерным лучом в крайних точках.

Подводя промежуточный итог, можно еще раз отметить, что одномерные преломляющие линзы должны служить для пре-фокусировки и коллимации «белого» ондуляторного излучения на раннем этапе его обработки, перед попаданием в оптическую секцию (с установленными там монохроматорами, зеркалами и т.п.) типичной экспериментальной станции на источниках синхротронного излучения. Соответственно, основными требованиями для алмазных одномерных линз являются: качество профиля линзы, легкость установки и использования в экспериментальной схеме, достаточная апертура для передачи всего излучения без потерь. Такие линзы должны иметь большой размер фокуса (порядка нескольких десятков метров) и, поэтому, для фокусировки характерных энергий рентгеновского излучения от 10 до 30 кэВ, радиус кривизны параболы линзы должен составлять 200-500 мкм. Ясно, что одиночные алмазные линзы могут быть составлены вместе друг за другом на оптической оси, формируя единую СПЛ с изменяемым числом линз. Две взаимно перпендикулярные СПЛ могут осуществлять фокусировку излучения в двух направлениях. Тем не менее, одномерные линзы совершенно не подходят для передачи изображения и приложений микроскопии. Тогда, возникает задача изготовления двумерных алмазных преломляющих линз, которые и будут описаны в следующем параграфе.

2.1.4. Двумерные одиночные линзы из монокристаллического алмаза

Принцип изготовления двумерных полу-линз был идентичен принципу, описанному в предыдущем параграфе для одномерных полу-линз. Лазерный луч осуществлял спиральное высверливание алмазной поверхности, следуя заданной траектории параболоида вращения с помощью изменения фокусного расстояния лазера и трансляций вдоль поверхности алмазной пластины. В качестве материала линз был снова использован монокристалл алмаза (тип IIa), выращенный в ТИСНУМ методом градиента температуры под высоким давлением и при высокой температуре и описанный в предыдущем параграфе.

Сначала, алмазные пластины были разрезаны наносекундным лазером на цилиндрические заготовки, диаметром $D = 1600 \pm 50$ мкм и высотой $H = 525 \pm 25$ мкм. Боковые поверхности заготовок были механически отполированы до значений шероховатости порядка 5 нм. Затем, с помощью пикосекундного Nd:YAG лазера с длиной волны 355 нм, сфокусированного в пятно, размером 10 мкм, была произведена послойная абляция поверхностей алмазных заготовок, с шагом 1 мкм. Частота лазерных импульсов составила 500 кГц. В результате, были изготовлены алмазные полу-линзы с апертурой $A = 980 \pm 10$ мкм и радиусом в вершине параболоида $R = 200$ мкм. Толщина перешейка между дном алмазной цилиндрической пластины и вершиной параболоида составила $d = 30 \pm 10$ мкм. Схематическое изображение полу-линзы представлено на рис. 2.5 (а). Линзы были изучены с помощью оптической, сканирующей электронной (рис. 2.5, б) и атомно-силовой микроскопии, оптической профилометрии, а также протестированы на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения в фокусирующем, изображающем и томографическом режимах. Результаты всех тестов будут подробно представлены в параграфе 2.2.

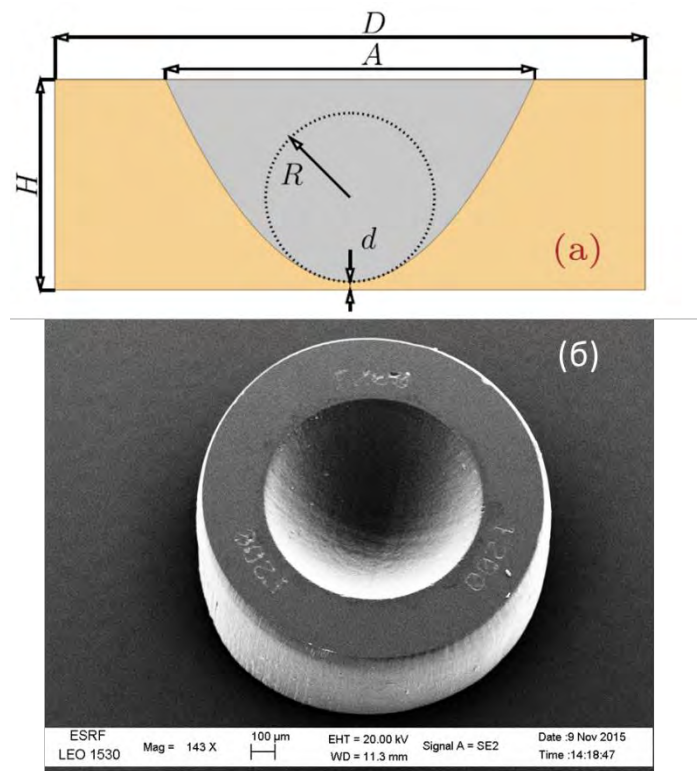


Рис. 2.5. а) Схематичное изображение алмазной двумерной полу-линзы. D и H – диаметр и высота алмазной цилиндрической пластины, соответственно. A , R , d – апертура, радиус и толщина тонкой части линзы, соответственно. б) Изображение полу-линзы в сканирующем электронном микроскопе.

2.2. Тестирование алмазных преломляющих линз

В данном параграфе будут представлены методы и результаты тестирования описанных ранее алмазных преломляющих линз – оптическая и сканирующая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, 3D сканирующая лазерная конфокальная микроскопия, Рамановская спектроскопия, рентгеновская томография и радиография, высокоразрешающая рентгеновская топография, рентгеновская интерферометрия. Все образцы в обязательном порядке проходили проверку производительности в фокусирующем и изображающем режимах на лабораторных источниках рентгеновского излучения и источниках синхротронного излучения третьего поколения (APS, ESRF).

2.2.1. Получение первичной информации об образцах

Оптическая микроскопия

Одним из самых простых методов получения первичной информации об образце является оптическая микроскопия. Изобретенный еще в XVII веке, оптический микроскоп используется до сих пор, позволяя легко получать изображения исследуемых объектов с микрометровым разрешением. Среди преимуществ оптического микроскопа выделяют быстроту и наглядность получаемых результатов и, как правило, легкую доступность аппарата, который установлен в любой научно-исследовательской лаборатории, как в России, так и за рубежом. Оптические изображения дают визуальное представление профиля поверхности линзы, качества и чистоты поверхности, наличия или отсутствия очевидных макро- дефектов, сколов, трещин в материале. В данной работе, оптическая микроскопия использовалась в качестве одного из базовых методов анализа. Так, на рисунке 2.6 представлены изображения всех одномерных линз, описанных в параграфах 2.1.2 - 2.1.4: планарных из монокристаллического (а) и поликристаллического (д) алмаза; одиночных двух типов, изготовленных в “Almax” (б) и ТИСНУМ (в-г). Исходя из изображений, можно говорить о хорошем качестве профиля всех линз, соответствии его, в грубом приближении, задаваемому теоретически, об отсутствии очевидных дефектов и сколов на рабочей поверхности линз. При детальном рассмотрении поверхности одиночной одномерной линзы на рис. 2.6 (в-г), можно увидеть полосы, по всей видимости, образованные обработкой лазерным лучом. Стоит ожидать, что данные полосы окажут негативное влияние на производительность линзы при фокусировке рентгеновского излучения.

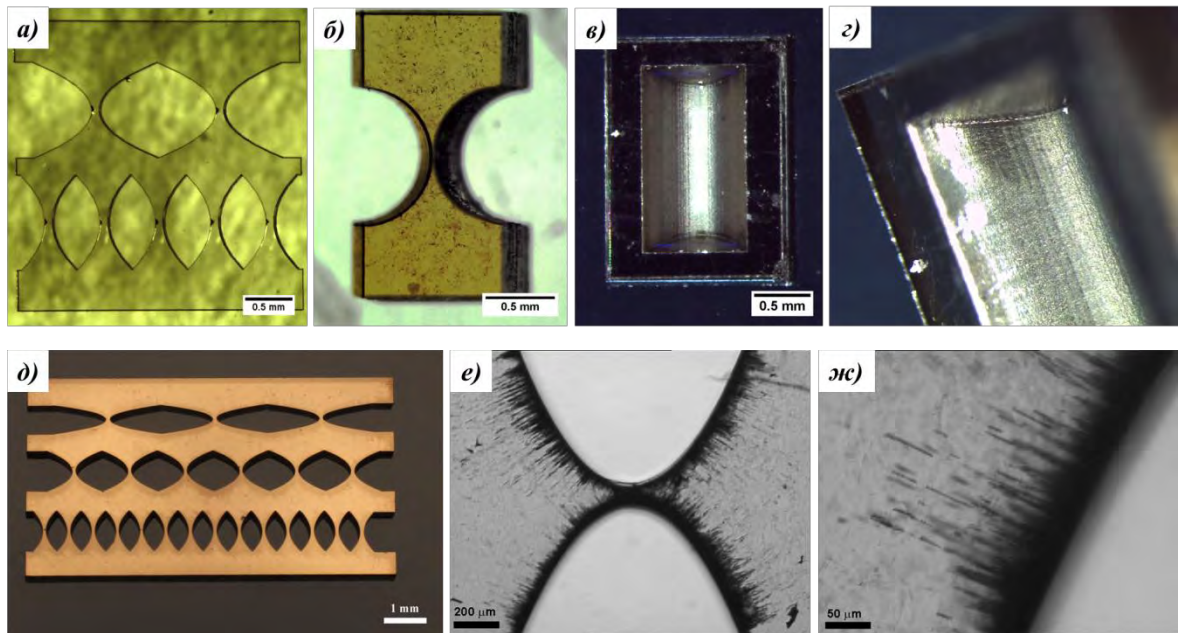


Рис. 2.6. Оптические изображения одномерных преломляющих рентгеновских алмазных линз: планарные из монокристаллического (а) и поликристаллического (д) алмаза; одиночные двух типов – изготовленные в “Almax” (б) и ТИСНУМ (в-г). Увеличенные изображения (е-ж) планарной линзы из поликристаллического алмаза.

В ходе рассмотрения поликристаллических алмазных линз в оптическом микроскопе на просвет с увеличением (рис. 2.6 (е-ж)), были замечены непрозрачные «иглы» длиной до 150 мкм и шириной менее 10 мкм в области, прилегающей к рабочей поверхности линзы, обработанной фемтосекундным лазером. Изображение на рис. 2.6 (ж) показывает, что некоторые «иглы» не соприкасаются с поверхностью реза. Природа образования таких интересных особенностей еще до конца не изучена. Скорее всего, в процессе обработки поверхности происходило образование многочисленных оптических пробоев алмаза, сопровождающихся возникновением спонтанных волн графитизации, распространяющихся вдоль оптических путей [110, 111]. Так как «иглы» направлены перпендикулярно параболической поверхности реза, можно предполагать, что такие дефекты вызваны лазерным излучением, преломленным боковой поверхностью, на которой осуществлялся рез. «Иглы» распространяются практически параллельно поверхности алмазной пластины и на 90° повернуты относительно первоначального направления падения лазерного луча. Это можно объяснить тем, что лазерный луч, преломляясь на неровностях боковой поверхности реза, может сохранить максимальную интенсивность, пройдя кратчайшее расстояние через тонкий графитизированный слой (который, как было сказано в предыдущей главе, покрывает поверхность алмаза при обработке лазером), что возможно лишь при перпендикулярном распространении луча относительно поверхности реза. Преломленные под другими углами лазерные лучи испытывают большее поглощение графитом. Стоит отметить, что

возникновение подобных дефектов характерно при обработке алмаза фемтосекундными лазерами и не наблюдалось при применении лазеров с более длительными импульсами.

Как уже отмечалось в начале главы, лазерный луч, осуществляющий обработку алмазной пластины, имеет выделенное направление поляризации (s- или p-). Поэтому, он обладает не совсем одинаковым распределением интенсивности в пространстве в двух ортогональных направлениях, перпендикулярных направлению его распространения. Применительно к двумерным линзам, внешняя часть каждой цилиндрической пластины вырезалась наносекундным лазером, у которого имела место такая асимметрия. Также, в ходе резки данным лазером не осуществлялась коррекция фокусного расстояния по мере продвижения лазера вглубь пластины. Как результат, для некоторых линз это приводило к эллипсности оснований и неперпендикулярности боковых стенок цилиндрической пластины (рис. 2.7). Вышеописанные погрешности производства могут привести к разориентации оптических осей одиночных линз при составлении их в единую СПЛ, что приведет к внесению дополнительных aberrаций в оптическую систему. Для учета и минимизации данного негативного эффекта, с использованием оптического микроскопа были проведены измерения длин осей эллипсов, лежащих в основаниях цилиндрической пластины (погрешность измерения – 5 мкм). Измерения проводились для шестидесяти изготовленных линз и из них были отобраны те, у которых большая ось большего эллиптического основания соответствовала значению 1640 ± 20 мкм, так как именно размеры большего основания влияют на фиксирование линзы в держателе. Также, оценивалось взаимное положение осей параболоида вращения и эллиптического цилиндра. Линзы, в которых разориентация осей превышала 20 мкм, отбраковывались. Исходя из этих параметров, было выбрано 28 полу-линз, которые, затем, были помещены в специальный держатель для проведения рентгеновских тестов (рис. 2.8). Итоговая точность позиционирования оптических осей одиночных линз в СПЛ в держателе составила ± 30 мкм.



Рис. 2.7. Схематическое изображение двумерной линзы с погрешностями изготовления.



Рис. 2.8. Держатель для СПЛ.

Сканирующая Электронная Микроскопия

Для повышения разрешения получаемых изображений и более точной оценки качества профиля и поверхности линзы, применялась и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) [112]. СЭМ – это разновидность электронной микроскопии, в которой для зондирования исследуемой поверхности используется сканирование по ней сфокусированного пучка электронов. Для формирования изображения используется детектирование различных сигналов, включая вторичные электроны, обратно рассеянные электроны, рентгеновское излучение и ток через образец. Двумерная карта снимаемого сигнала и представляет собой изображение поверхности. Для предотвращения накопления остаточного электронного заряда на поверхности исследуемого образца-диэлектрика (которым является алмаз), на его поверхность обычно напыляется тонкий нанометровый слой проводящего металла (золото). Это позволяет избежать искажений в получаемом контрастном изображении образца.

На рис. 2.9 представлены изображения одномерных алмазных линз, полученные в электронном микроскопе: планарных из монокристаллического (а-б) и поликристаллического (в-г) алмаза; одиночных двух типов – изготовленных в “Almax” (д-е) и ТИСЧУМ (ж-з). Можно отметить некую «бочковатость» изображений планарной линзы из поликристаллического алмаза (в-г). Это связано именно с проблемой зарядки поверхности, описанной выше, так как перед исследованием данного образца в электронном микроскопе не было произведено напыление металла на его поверхность. В итоге, остаточный электронный заряд на поверхности привел к изменению траекторий движения падающих на образец электронов, что и стало причиной aberrаций.

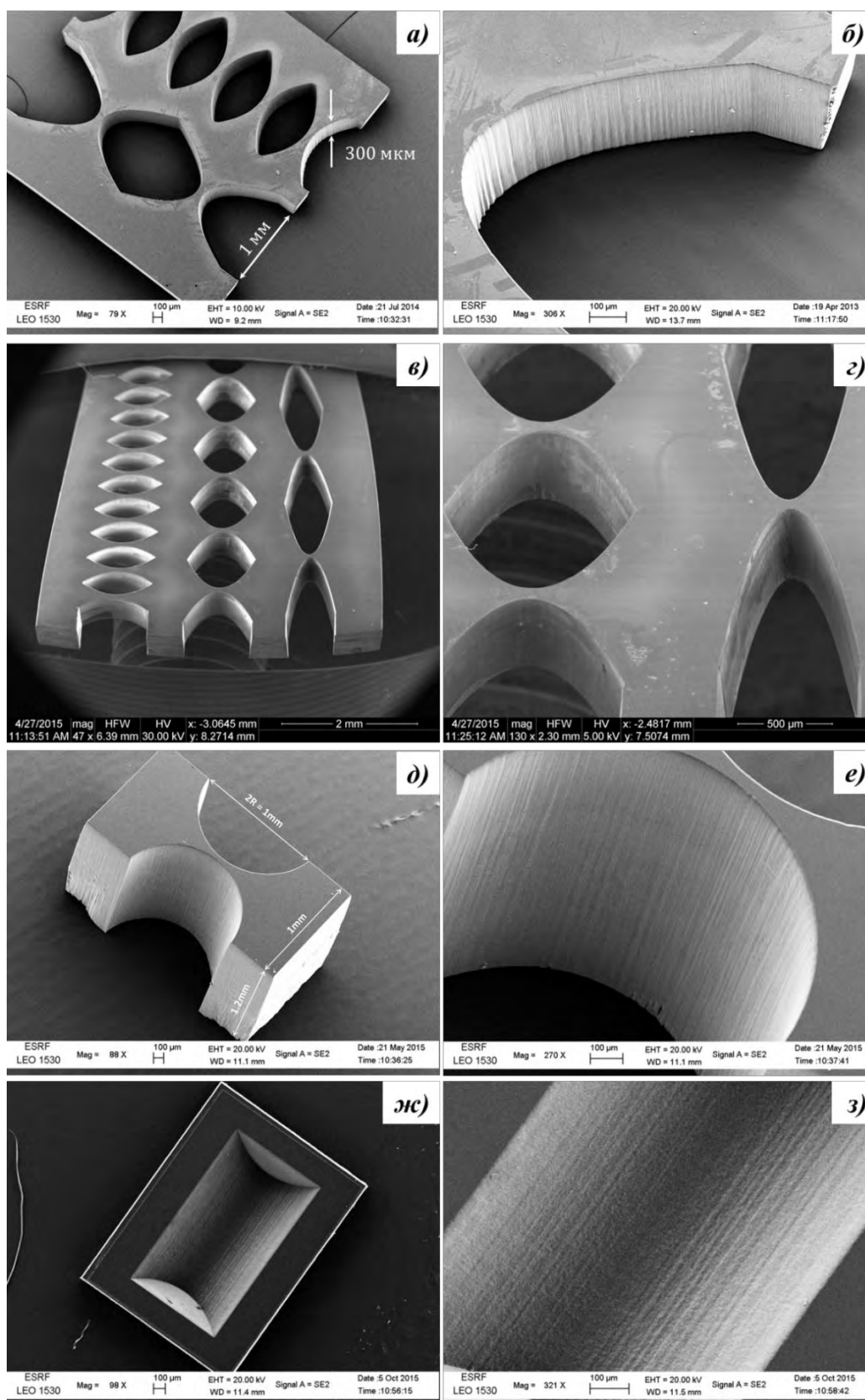


Рис. 2.9. Изображения одномерных преломляющих алмазных линз в сканирующем электронном микроскопе.

На рис. 2.9 (б,г,е,з), также, изображены увеличенные изображения линз, из которых можно сделать качественные выводы о качестве профиля преломляющей поверхности. У всех линз, изготовленных из монокристаллического алмаза с использованием пикосекундного Nd:YAG лазера (а, д, ж) просматривается волнистый профиль поверхности линзы, что, скорее всего, будет приводить к потерям полезного излучения, приходящего в точку фокусировки линзы при ее использовании в рентгеновском излучении. Из рис. 2.9 (в-г) видно, что поверхность, обработанная лазером с фемтосекундной длительностью импульса визуально выглядит более гладкой, что подтверждает уменьшение негативного влияния на поверхность при уменьшении длительности лазерного импульса. На рис. 2.10 (а) представлено увеличенное СЭМ-изображение планарной линзы из поликристаллического алмаза, изготовленной с помощью лазера с фемтосекундной длительностью импульса. Видно присутствие лишь очень незначительных областей с волнистым профилем вблизи тыльной стороны пластины с линзами. Размер и расположение таких областей варьируется от одной СПЛ на пластине к другой. Основная рабочая часть профилированной поверхности линзы выглядит гладкой, однако при увеличенном рассмотрении (рис. 2.10 (б)) становится видно, что на самом деле поверхность состоит из наноразмерных «шипов» с латеральными размерами порядка нескольких десятых долей микрона. Предполагая приблизительное равенство вертикальных и латеральных размеров, можно оценить шероховатость рабочей поверхности поликристаллической линзы в $\tau \sim 0.4$ мкм.

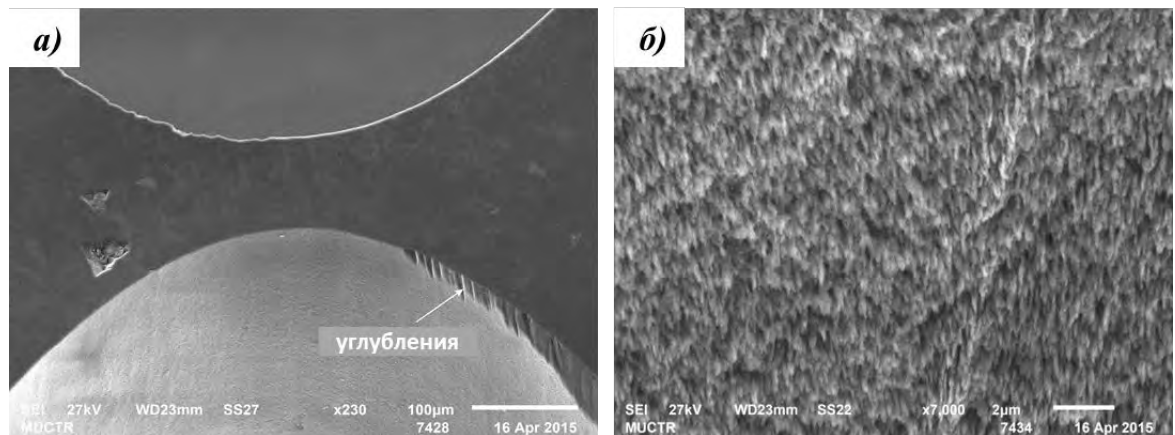


Рис. 2.10. Увеличенные изображения планарной линзы из поликристаллического алмаза в сканирующем электронном микроскопе.

Из анализа изображений, снятых в электронном микроскопе, можно с хорошей степенью точности определить и степень вертикальности боковых стенок планарных одномерных линз. Так, для планарной поликристаллической линзы были сняты изображения лицевой и тыльной части линзы, а затем произведено сравнение расстояний между вершинами параболических профилей одиночных линз с лицевой, d_f , и тыльной, d_r , сторон. Для всех одиночных линз на

пластине эти расстояния отличались, что свидетельствует о неперпендикулярности боковых стенок линзы. Угол неперпендикулярности α может быть охарактеризован с помощью выражения:

$$\alpha = \tan^{-1} \left(\frac{d_r - d_f}{2D} \right) \quad (2.1)$$

где $D = 0,6$ мм – толщина алмазной пластины. Усредненное по всем одиночным линзам на пластине, значение угла равнялось $\alpha = 1,7^\circ \pm 0,1^\circ$. Невертикальность такого порядка, как будет показано в следующих параграфах, оказывает существенное влияние на производительность линзы в режиме фокусировки рентгеновского излучения.

Анализируя СЭМ-изображения двумерной алмазной преломляющей линзы (рис. 2.11, а-б), можно судить о хорошем качестве линзовой поверхности, без очевидных дефектов. Сделав поперечный разрез такой линзы пикосекундным Nd:YAG лазером вдоль плоскости, проходящей через ось симметрии параболоида вращения, и получив изображения этого разреза в сканирующем электронном (в) и оптическом (д) микроскопах, легко произвести первичную метрологию поверхности. За счет выделения резкой контрастной границы линзовой поверхности и её аппроксимации расчетными кривыми (г,е), становится понятно, что край параболического профиля лучше соответствует теоретической кривой $y(x) = x^2/2R$ с радиусами $R = 205 \pm 1$ мкм и $R = 211 \pm 3$ мкм для СЭМ и оптического изображений, соответственно. В то же время, вершина параболы совпадает с теоретическими кривыми, радиусами $R = 161 \pm 1$ мкм и $R = 183 \pm 1$ мкм для СЭМ и оптического изображений, соответственно. Такое расхождение легко объяснимо, если принять во внимание тот факт, что для достижения максимальной точности в данном методе аппроксимации изображений, плоскость поперечного среза линзы должна располагаться строго перпендикулярно направлению взгляда объектива СЭМ или оптического микроскопа. Малейшее же отклонение (рис. 2.11, в) будет приводить к рассмотрению параболического профиля под углом, что вносит существенную погрешность в реконструкцию радиуса линзового профиля. Эта погрешность ощутимо выше для точек вблизи вершины параболической поверхности, где больше скорость изменения наклона параболической кривой $y^2 = 2Rx$. Приводя все те же аргументы, сюда стоит добавить и погрешность разрезания линзы лазером пополам – в идеале, ось параболы должна точно лежать в плоскости движения лазера. Резюмируя вышесказанное, хоть реконструкция оптического изображения (д) двумерной линзы лучше отражает реальную картину, но всё равно является лишь визуализацией параболической поверхности линзы и не позволяет производить качественные оценки.

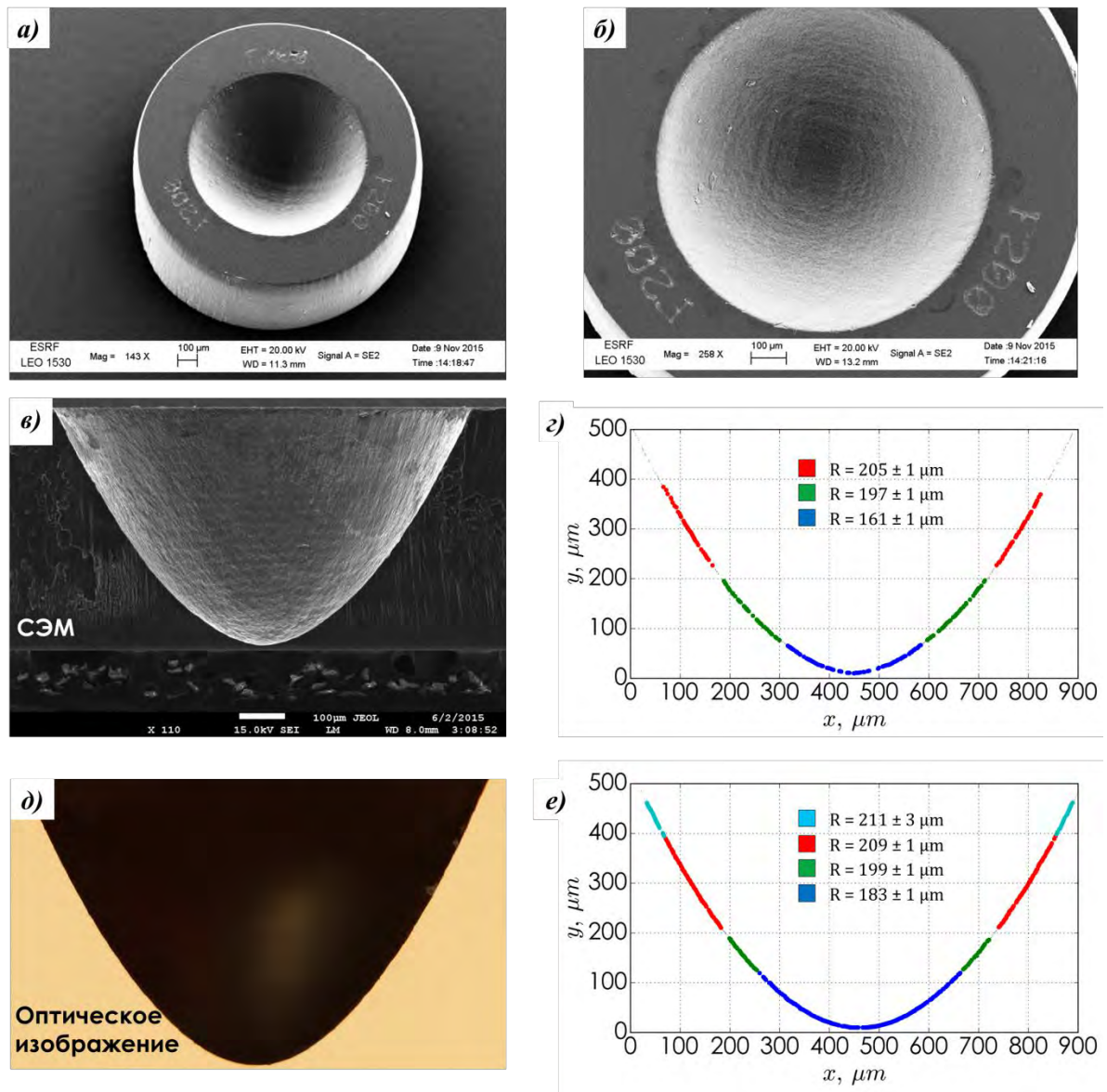


Рис. 2.11. Изображения двумерной преломляющей алмазной линзы, полученные в сканирующем электронном (а-в) и оптическом (г) микроскопах. в) и г) демонстрируют изображение среза линзы вдоль плоскости, проходящей через ось симметрии линзы. Параболические профили с изображений (в) и (г) были аппроксимированы кривыми (з) и (д), соответственно, позволяя восстановить радиус (параметр) параболы линзового профиля.

Итак, комбинация оптической и электронной микроскопии является мощным инструментом первичного анализа качества линз. Давая визуальное представление поверхности рассматриваемого образца, эти методы, при грамотном анализе получаемых изображений, способны ответить на вопросы о направлении дальнейших исследований изготавливаемых линз и способах их тестирования в рентгеновском излучении.

2.2.2. Качественный анализ профиля и морфологии поверхности образцов

В предыдущем параграфе был описан грубый способ контроля геометрии профиля двумерных линз путем разрезания образца пополам. Основным недостатком такого метода является разрушение линзы, что автоматически делает ее непригодной для дальнейших тестов в рентгеновском излучении. Кроме того, как было отмечено, данный способ имеет высокую погрешность и не способен дать точного ответа о величине шероховатости поверхности. Тогда, альтернативой могут служить методы рентгеновской томографии, сканирующей зондовой микроскопии, оптической профилометрии или рентгеновской интерферометрии.

Рентгеновская томография

Говоря о неразрушающих методах анализа профиля линзы, первым делом необходимо отметить рентгеновскую томографию [113]. Принцип реконструкции структуры и формы объекта отчасти схож с методом рентгеновской радиографии, которая будет описана далее, и состоит в следующем (рис. 2.12, а).

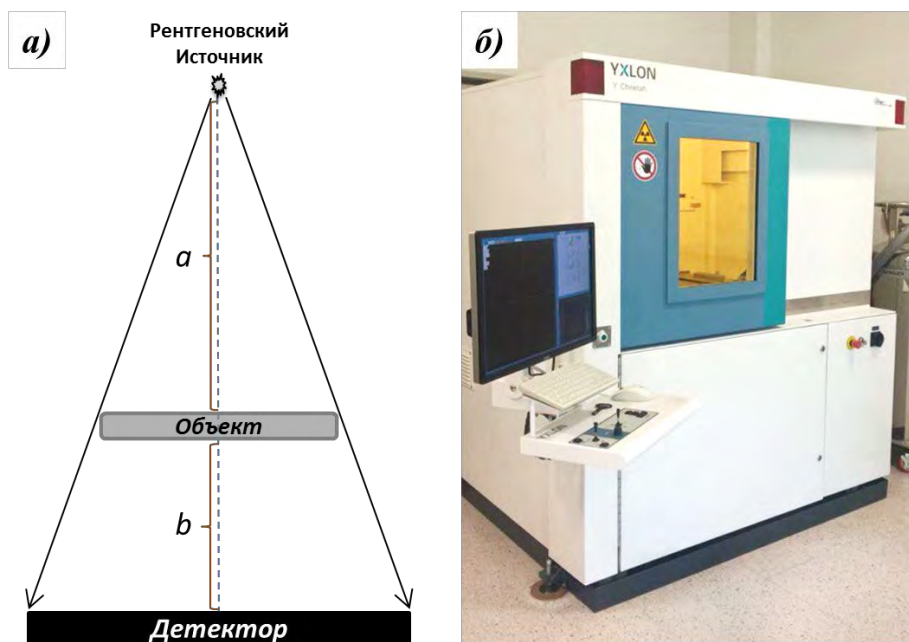


Рис. 2.12. Схема топографического эксперимента (а) и фото системы рентгеновского контроля Y. SHEETAN, фирмы YXLON (б).

Изучаемый объект облучается высокоэнергетическим рентгеновским излучением от источника малого размера и большой расходимости насквозь, формируя за счет абсорбционного контраста увеличенное изображение на детекторе. Объект поворачивается вокруг своей оси с шагом, порядка 0.5° , и при каждом повороте происходит регистрация изображения. Получив

полный набор проекций объекта, можно воссоздать его трехмерную модель. В данной работе использовалась система рентгеновского контроля Y.CHEETAN [114] фирмы YXLON. Она состоит из остро-фокусной (1-2 мкм) рентгеновской трубки прострельного типа с вольфрамовым анодом. Источник генерирует тормозное излучение с жестким спектром при максимальной мощности 64 Вт. Максимальное разрешение определяется как:

$$X = \frac{N_{pix} S_{pix}}{V} \frac{a}{a+b} \quad (2.2)$$

где V - количество вокселей [115] для задания трехмерной модели образца, $N_{pix} = 1004^2$ - число пикселей на двумерном детекторе, $S_{pix} = 127.5$ мкм - размер пикселя, $\frac{a+b}{a}$ - геометрическое увеличение. В данной работе система применялась для реконструкции профилей одно- и двумерных алмазных полу-линз. Использовалось геометрическое увеличение 37.4 раза при количестве вокселей $V = 512^3$, что позволило достичь разрешения $X = 6.7$ мкм. Такое разрешение позволяет восстановить профиль линзы целиком, однако не даст ответа о величине шероховатости поверхности.

На рис. 2.13 (д) и (ж) представлены одиночные томографические проекции одномерной и двумерной полу-линз, соответственно. Съемка подобных изображений при повороте образца вокруг своей оси позволила реконструировать трехмерный профиль одномерной (а-б) и двумерной (в-г) полу-линз. Подобно анализу изображений оптической и сканирующей электронной микроскопии в прошлом параграфе, параболические профили с изображений (д) и (ж) были аппроксимированы кривыми (е) и (з), соответственно, позволяя восстановить радиус (параметр) параболического профиля линзы. Важно понимать, что, в методе томографии не происходит физического разрезания линзы пополам, так как формируемое изображение – это лишь проекция образца на детектор. Более того, механизированная система позиционирования образца в рентгеновских лучах позволяет установить его перпендикулярно оси источник излучения - детектор, позволяя произвести реконструкцию профиля по изображению. Так, на рис. 2. 15(е) представлен восстановленный профиль одномерной одиночной полу-линзы. Видно, что край профиля лучше соответствует теоретической кривой $y(x) = x^2/2R$ с радиусом $R = 187 \pm 4$ мкм. В то же время, для вершины параболы это значение равно $R = 191 \pm 2$ мкм. Можно отметить стабильность радиуса (в пределах погрешности) на всей длине параболической кривой. Однако, его среднее значение $R = 190$ мкм на 5% отличается от заданного $R = 200$ мкм.

Реконструкция профиля двумерных линз (рис. 2. 13, з) дает значения $R = 259 \pm 63$ мкм и $R = 188 \pm 13$ мкм у краёв и вершины линзового профиля, соответственно. Большая погрешность радиусов двумерной полу-линзы объясняется тем, что, из-за режима съемки, её томографическое изображение зашумлено в большей степени, чем изображение одномерной полу-линзы. Поэтому, томограмма двумерной линзы является скорее иллюстративной.

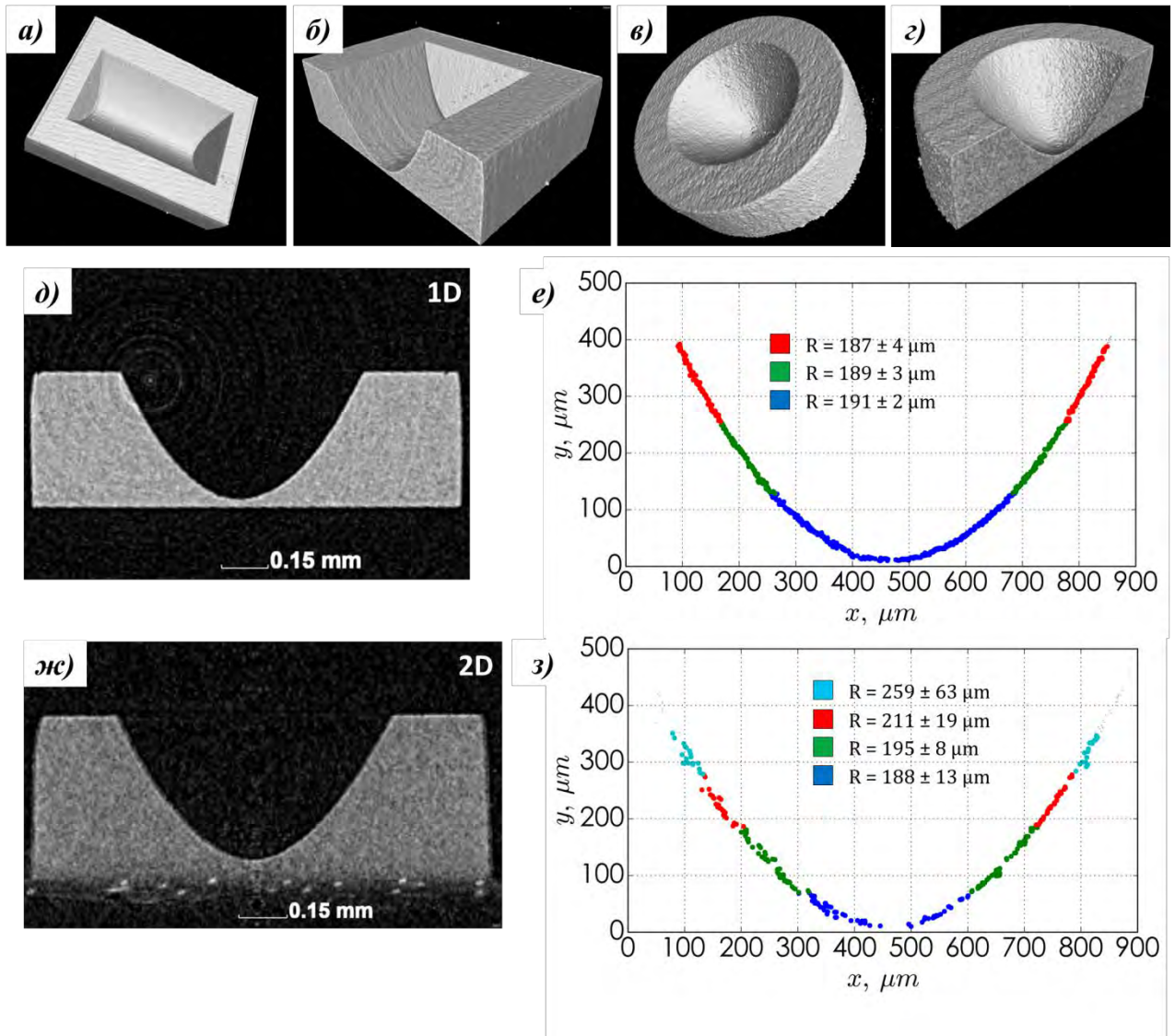


Рис. 2.13. Рентгеновские томограммы одномерных (а,б,д) и двумерных (в,г,ж) алмазных линз. Параболические профили с изображений (д) и (ж) были аппроксимированы кривыми (е) и (з), соответственно, позволяя восстановить радиус (параметр) параболического профиля линзы.

Для получения информативных изображений, нужно понимать вклад, который вносят в его формирование различного типа нежелательные эффекты [116]. Так, на рис. 2.13 (а,б,д,е) хорошо виден шершавый профиль даже не профилированной лазером поверхности линз (которая была предварительно отшлифована до нанометровых значений шероховатости), сформированный за счет рассеяния рентгеновских лучей в материале алмаза. Такое паразитное рассеяние снижает соотношение сигнал/шум, уменьшая точность измерений. Шум при измерениях дополнительно формируется многими факторами – квантованием фотонов, электронным шумом детектора или усилительных схем и т.д. Рассеяние усугубляется и, т.н., проблемой увеличения жесткости излучения. По мере движения рентгеновского луча через поглощающий материал, низкоэнергетические фотоны (*мягкое излучение*) поглощаются быстрее,

чем фотоны с высокой энергией (*жесткое излучение*). Поэтому, по мере прохождения лучом определенной дистанции в поглощающем материале, мягкое излучение исчезает и лишь жесткое излучение полностью прошивает образец, формируя изображение на детекторе. На практике это, также, формирует градиент контраста на изображении и выглядит, будто первые миллиметры материала поглощают больше излучения, чем оставшаяся часть образца. Сюда же стоит добавить и артефакты, связанные с ориентацией образца, формирующиеся на определенных его проекциях и полностью отсутствующие на других. Полный перечень всех возможных погрешностей при измерениях подробно описан в [113, 116] и не является предметом настоящей работы. Несомненно, при минимизации погрешностей измерений, рентгеновская томография является простым и достаточно точным способом неразрушающего контроля точности профиля линз, позволяя производить полную реконструкцию её поверхности. При более тонкой настройке, использование системы Y.CHEETAN позволяет достигать разрешения 1 мкм, хотя при этом возрастает время съемки. Так, реконструкция трехмерных изображений на рис. 2.13 заняла ~ 30 мин.

Рентгеновская решеточная интерферометрия

Другим неразрушающим способом описания профиля линзы является использование метода рентгеновской решеточной интерферометрии, подробно описанной в работах [117-119]. Данный метод позволяет восстановить реальный профиль изучаемой линзы и определить степень его отклонения от идеального. Метод был применен только для тестирования одномерных алмазных полу-линз, изготовленных в ТИСУМ. Тесты проводились на станции ID06 ESRF, а схема эксперимента представлена на рис. 2.14.

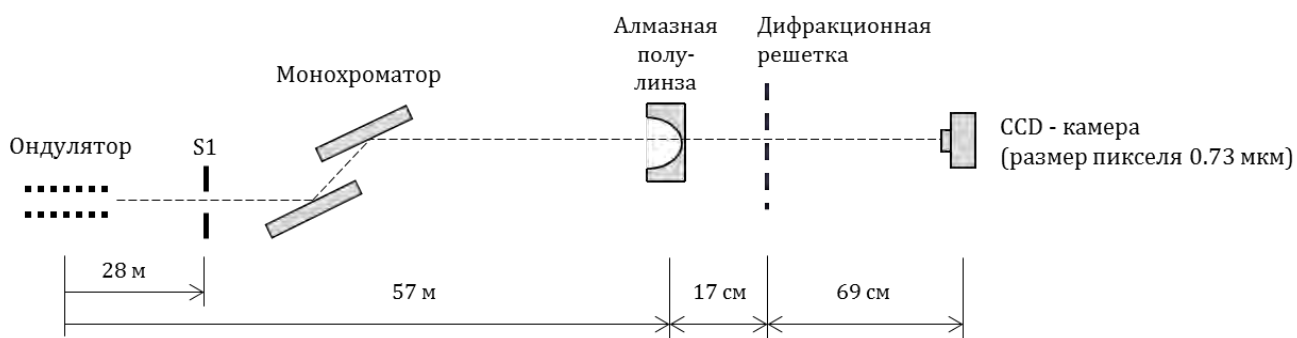


Рис. 2.14. Схема эксперимента по определению профиля одномерной алмазной полу-линзы методом рентгеновской решеточной интерферометрии.

Принцип действия решеточного интерферометра основан на эффекте Тальбо [120], где используемая одномерная периодическая дифракционная решетка с периодом 10 мкм (никелевые штрихи, высотой 3 мкм) обеспечивает сдвиг фазы $\pi/2$. Решетка была закреплена на

пьезомеханический держатель так, чтобы её линии располагались горизонтально. Это было сделано для лучшего использования когерентных свойств асимметричного источника излучения станции ID06, с эффективным размером 40×900 мкм² по вертикали и горизонтали, соответственно. На одном и том же расстоянии от источника до точки наблюдения S , вертикальный размер источника Δ обеспечивает большую длину пространственной когерентности $K = \frac{\lambda}{\Delta} S$ (λ - длина волны излучения). Дифракционная решетка располагалась на оптическом столе на расстоянии 17 см от образца, которым выступала алмазная полу-линза. Рентгеновский CCD-детектор был помещен в плоскость наблюдения на 69 см от решетки на $\frac{1}{4}$ расстояния Тальбо. Монохроматор был настроен на фильтрацию излучения с энергией 17 кэВ. Затем, регистрировалось два изображения: первое - с присутствием образца-линзы в проходящих лучах, и второе - без нее. Измеряя смещение дифракционных полос от одного изображения к другому, можно связать его с углом $\alpha(x)$ преломления излучения профилированной поверхностью линзы в направлении, перпендикулярном линиям дифракционной решетки. Затем, по формуле $\frac{dh(x)}{dx} = \alpha(x)/\delta$ вычисляется производная кривой $h(x)$, описывающей профиль линзы (в данном случае – параболы); δ – декремент показателя преломления материала линзы - алмаза. В результате, интегрируя производную профиля, восстанавливается профиль поверхности линзы. Стоит отметить, что восстановленный профиль был усреднен по длине линзы 150 мкм (рис. 2.15, б). На рис. 2.15 (а) представлены восстановленный профиль одной из одномерных алмазных полу-линз (*черная кривая*) и соответствующая ей идеальная параболическая кривая с радиусом $R = 210$ мкм (*синяя кривая*). Разность экспериментального и идеального профилей (*красная кривая*) показана с увеличением оси Y в 10 раз. Как и в случае рентгеновской томографии, можно отметить хорошую стабильность радиуса одномерной полу-линзы по всей длине параболической кривой профиля. Тем не менее, видны периодические отклонения реального профиля от идеального с амплитудой, в пределах интервала ± 2.5 мкм, и средним периодом – 50 мкм.

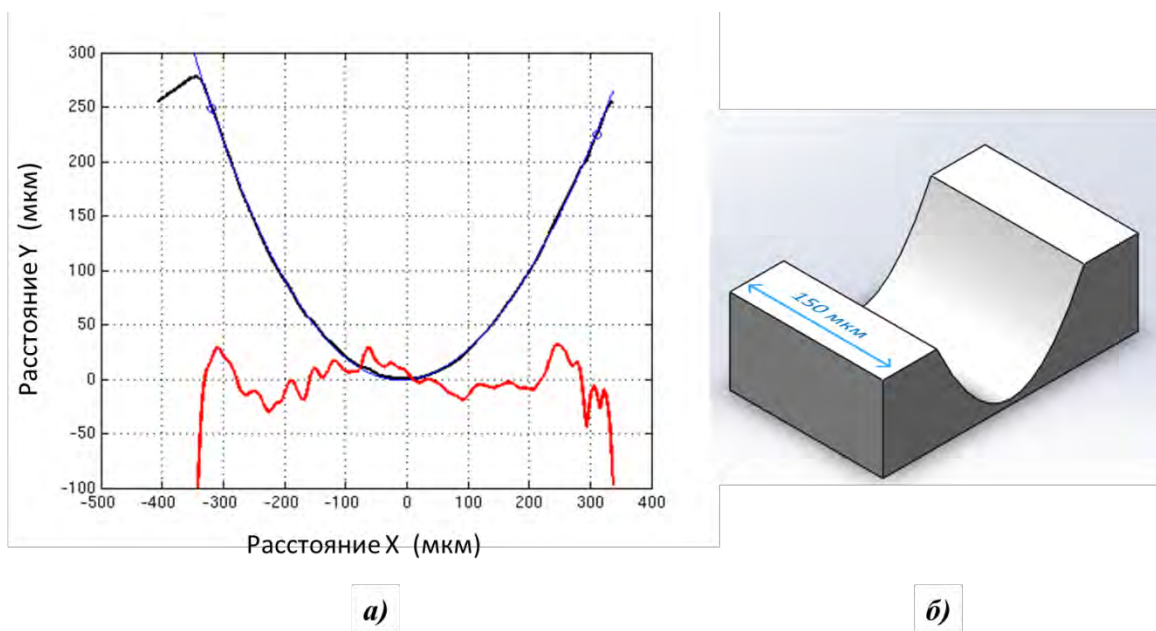


Рис. 2.15. (а) - Профиль одиночной алмазной полу-линзы, восстановленной из интерференционной картины (*черная кривая*) и идеальная парабола с радиусом 210 мкм (*синяя кривая*). Разность экспериментального и идеального профилей (*красная кривая*) показана с увеличением оси Y в 10 раз. Профиль усреднен по длине линзы 150 мкм (б).

Решеточная рентгеновская интерферометрия является неразрушающим методом контроля качества профиля линз и, при настроенной экспериментальной схеме, позволяет производить анализ образцов подряд с очень большой скоростью. Тем не менее, данный метод не может являться базовым при массовом производстве линз, так как требует постоянного доступа к высоко когерентному источнику синхротронного излучения. Чувствительность решеточного интерферометра ограничена значением периода дифракционной решетки (10 мкм). Однако, как будет показано в следующем параграфе, искажения профиля с периодом, меньшим 10 мкм, легко определяются другими методами.

Атомно-силовая микроскопия

Как уже неоднократно отмечалось, шероховатости поверхности негативно влияют на коэффициент усиления преломляющей рентгеновской линзы. Поэтому, анализ шероховатости с целью последующей её минимизации, представляет собой важную и актуальную задачу. Среди зондовых методов микроскопии поверхности стоит выделить атомно-силовую микроскопию (АСМ, [121]) как наиболее распространенный и точный метод оценки величины шероховатости. Основой АСМ является силовое взаимодействие специального упругого зонда (кантилевера) с поверхностью образца. Силы Ван-дер-Ваальса, действующие на кантилевер со стороны

поверхности, приводят к его упругой деформации. Зависимость величины деформации зонда от его пространственного положения анализируется и преобразуется в морфологию поверхности образца. Ввиду того, что для регистрации деформаций зонда используются высокочувствительные оптические методы, разрешение АСМ может достигать долей нанометра. В отличие от контактной профилометрии, АСМ, оперируя в бесконтактном или полу-контактном режиме, способна исследовать даже такие твердые образцы, как алмаз, без повреждения кантилевера о поверхность. Применительно к задаче исследований преломляющих рентгеновских линз, можно отметить, что АСМ является труднореализуемой при исследовании поверхностей с большим углом наклона по отношению к зонду (края вогнутой параболической поверхности линзы). Также, перепад высот порядка 0,5 миллиметра при следовании вдоль параболической поверхности линзы от края к ее вершине, как правило, превосходит трансляционные возможности кантилевера. Отсюда, АСМ чаще всего используется для локальной оценки шероховатости поверхности вблизи вершины параболического профиля линзы. В данной работе АСМ использовался для оценки шероховатости профилей одномерных и двумерных преломляющих полу-линз, а также одномерных линз из поликристаллического алмаза. На рисунке 2.16 (а) представлены результаты сканирования поверхности двумерной полу-линзы в атомно-силовом микроскопе. Шероховатость поверхности (среднеквадратичное отклонение) составила 1 мкм. На рисунке 2.16 (б) показано увеличенное изображение этого же участка поверхности линзы, полученное в СЭМ. Как видно, латеральное распределение шероховатостей, может быть оценено в ~ 1 -2 микрона. Как уже упоминалось ранее, при предположении равенства вертикальных и латеральных размеров, СЭМ может служить методом грубой оценки шероховатости поверхности.

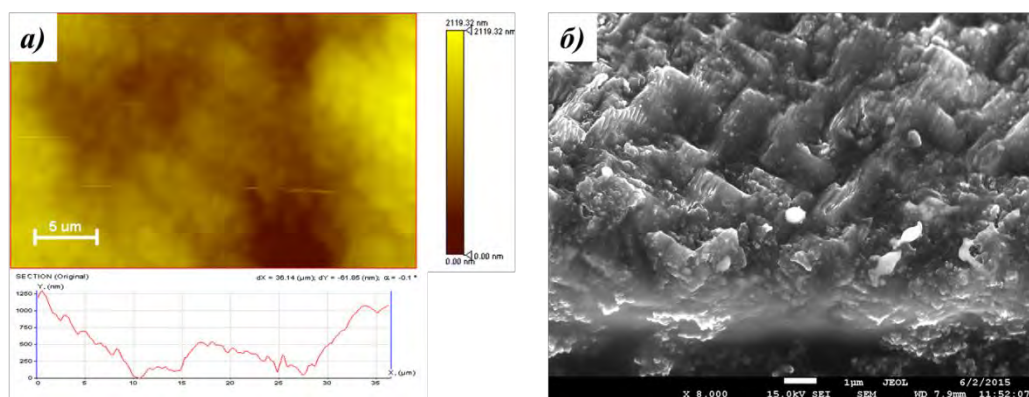


Рис. 2.16. Изображение шероховатостей двумерной линзы, полученное в атомно-силовом (а) и сканирующем электронном (б) микроскопах. На (а), внизу, показана зависимость вертикальной составляющей поверхности, Y, от латерального направления, X.

Шероховатость поверхности одномерных полу-линз была также измерена с помощью АСМ и составила 0.7 мкм. Важно отметить ожидаемую сниженную шероховатость одномерных полу-линз по сравнению с двумерными, что последовало из корректировки производственного процесса и изменении геометрии движения лазерного луча.

Измеренная шероховатость поликристаллических алмазных линз составила 0.3 мкм.

Оптическая профилометрия

Выше было показано, что метод рентгеновской томографии позволил полностью восстановить профиль линзы с разрешением ~ 6 мкм. Также, из рис. 2.16 видно, что АСМ дала представление о шероховатости участка поверхности, длиной всего 40 мкм. Отсюда, крайне интересен был бы универсальный метод, позволяющий получать профиль всей параболической поверхности целиком, причем с достаточной степенью точности - для оценки как шероховатости, так и соответствия профиля теоретически заданному. Тогда, на помощь приходит бесконтактная лазерная профилометрия. В настоящей работе использовался прибор MicroXAM RTS компании KLA-Tencor [122] и его детальное описание может быть найдено в [123]. Данный прибор является лазерным интерферометром и его принцип действия основан на разделении когерентного падающего луча засветки на две составляющие, одна из которых отражается от поверхности исследуемого объекта, а вторая – от опорной поверхности, вмонтированной в прибор. Затем, лучи интерферируют и регистрируются видеокамерой. Полученные данные автоматически обрабатываются и интерференционная картина преобразуется в карту уровней поверхности высокого разрешения. Так, на рис. 2.17 изображен измеренный профиль поверхности $p(x)$ двумерной алмазной полу-линзы. Он хорошо соотносится с аппроксимационной параболической кривой $f(x) = x^2/2R$ при $R = 204$ мкм. Шероховатость поверхности, определенная из разности теоретической кривой $f(x)$ с радиусом $R = 204$ мкм и экспериментальной кривой $p(x)$, имеет значение $\tau = 1.1$ мкм (среднеквадратичное отклонение). Как видно, это значение соотносится в пределах погрешности ± 0.1 мкм с тем, что было получено методом АСМ.

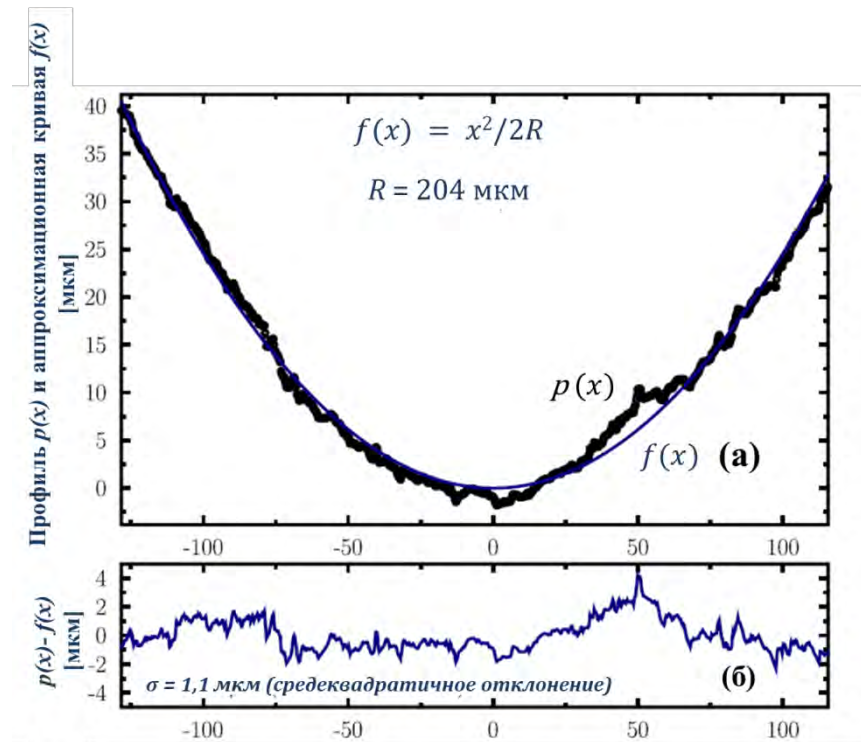


Рис. 2.17. Измеренный с помощью лазерного конфокального микроскопа MicroXAM RTS профиль поверхности двумерной алмазной линзы $p(x)$ (а) и распределение шероховатостей параболической поверхности (б)

Большим преимуществом такой метрологической системы является высокая точность при большом поле зрения. MicroXAM RTS способен создавать трехмерные карты образцов с вертикальным разрешением 0.5 мкм при поле зрения 200×200 мкм². Однако, MicroXAM RTS является прибором более, чем 10-летней давности, а современные аналоги, в том числе и других известных производителей (Zeiss, Olympus, Nikon, Leica, S Neox и т.д.) позволяют получать нанометровое разрешение в трех ортогональных направлениях XYZ при поле зрения в несколько квадратных миллиметров.

Одним из таких производителей является компания Keyence и её прибор VK-X200 [124] использовался в данной работе для анализа одномерных и двумерных полу-линз. Данный прибор является, по сути, конфокальным оптическим микроскопом, позволяя получать контрастные изображения, типичные для таких устройств. Однако, он одновременно может работать и режиме 3D лазерного интерферометра, восстанавливая морфологию и шероховатость поверхности. Так, при использовании объектива с увеличением $\times 10$ точность восстановления профиля составила 0.1 нм в направлении Z (перпендикулярно оптическому столу) и 1.4 мкм в направлении XY (в плоскости оптического стола). Поле зрения в данной схеме составило 1.4×1 мм². Время измерения одного образца заняло менее 30 сек при заявленной изготовителем погрешности измерений 2%.

Сканирующий лазерный микроскоп позволил произвести полную реконструкцию вогнутых поверхностей двумерных алмазных полу-линз (рис. 2.18) с разрешением, достаточным для анализа шероховатостей поверхности. Определенная шероховатость 1.14 мкм (среднеквадратичное отклонение) хорошо согласуется со значениями, полученными выше в данном параграфе. Небольшой разброс значений шероховатости объясняется тем, что во всех трех измерениях (ACM, MicroXAM RTS, Keyence VK-X200) использовались три различных образца. Стоит отметить инструментальные артефакты (рис. 2.18), присутствующие на краях исследуемой области двумерной линзы и внесенные измерительной лазерной системой. От данных артефактов можно избавиться при более тонкой настройке режима измерений. Размер изучаемого объекта в микроскопе может варьироваться от 11 до 5400 мкм в направлении XY и до 28 мм в направлении Z. Разрешение в направлении XY, также, может быть уменьшено до 1 нм при выборе соответствующего режима измерений.

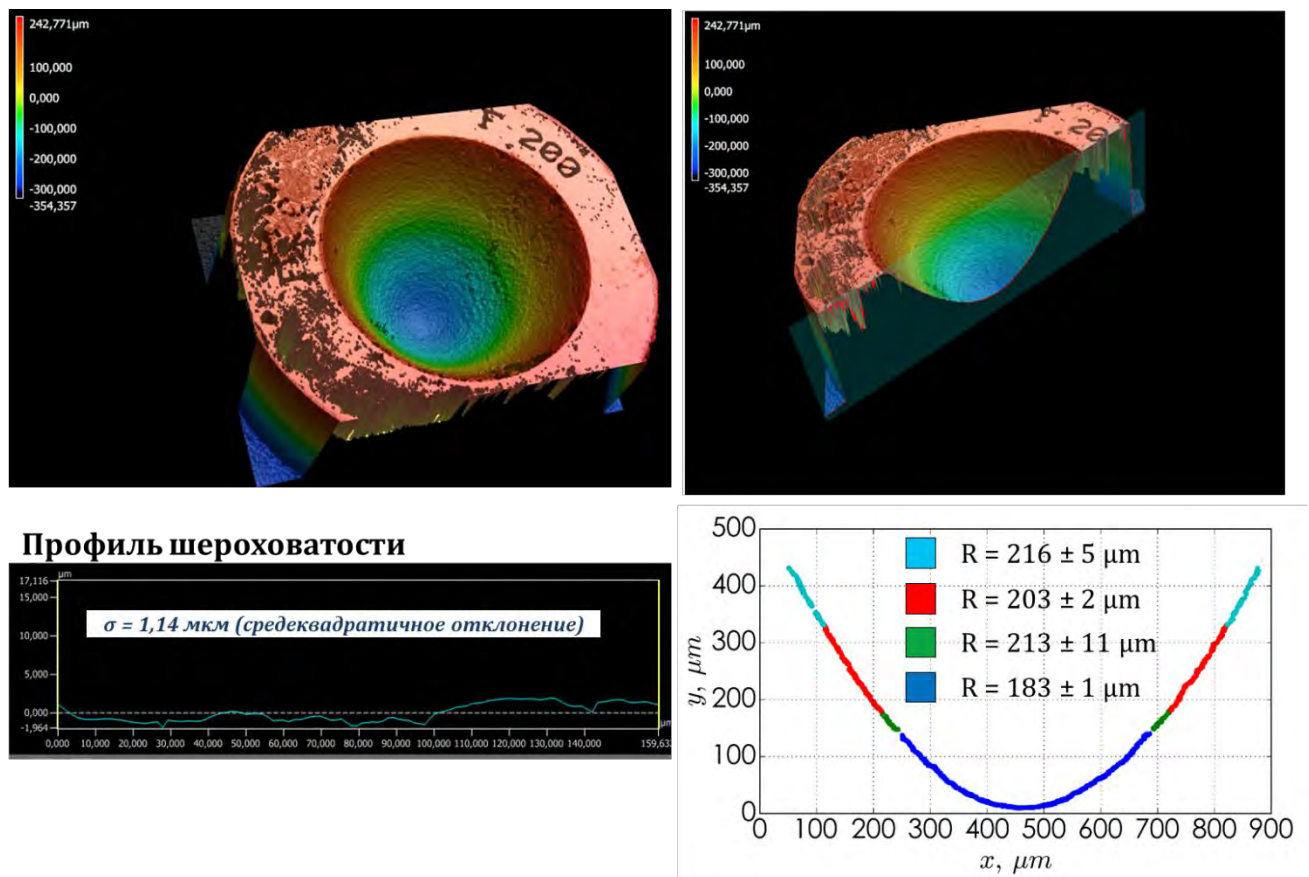


Рис. 2.18. 3D Сканирующий лазерный конфокальный микроскоп позволяет восстановить трехмерную модель двумерной полу-линзы, исследовать профиль поверхности и оценить шероховатости.

Измеренный радиус профиля двумерной линзы соответствует аппроксимационной параболической кривой $f(x) = x^2/2R$ с $R = 183 \pm 1 \text{ мкм}$ и $R = 216 \pm 5 \text{ мкм}$ вблизи центра и края

линзы, соответственно. Важно отметить относительную погрешность $\pm 9\%$ радиуса линзы, которая носит систематический характер. Это подтверждается проведенными тестами на СЭМ и Рентгеновском томографе. Погрешность следует из нестабильности спиральной траектории движения лазера и его постепенного ухода от заданной параболической кривой при движении от края линзы к центру.

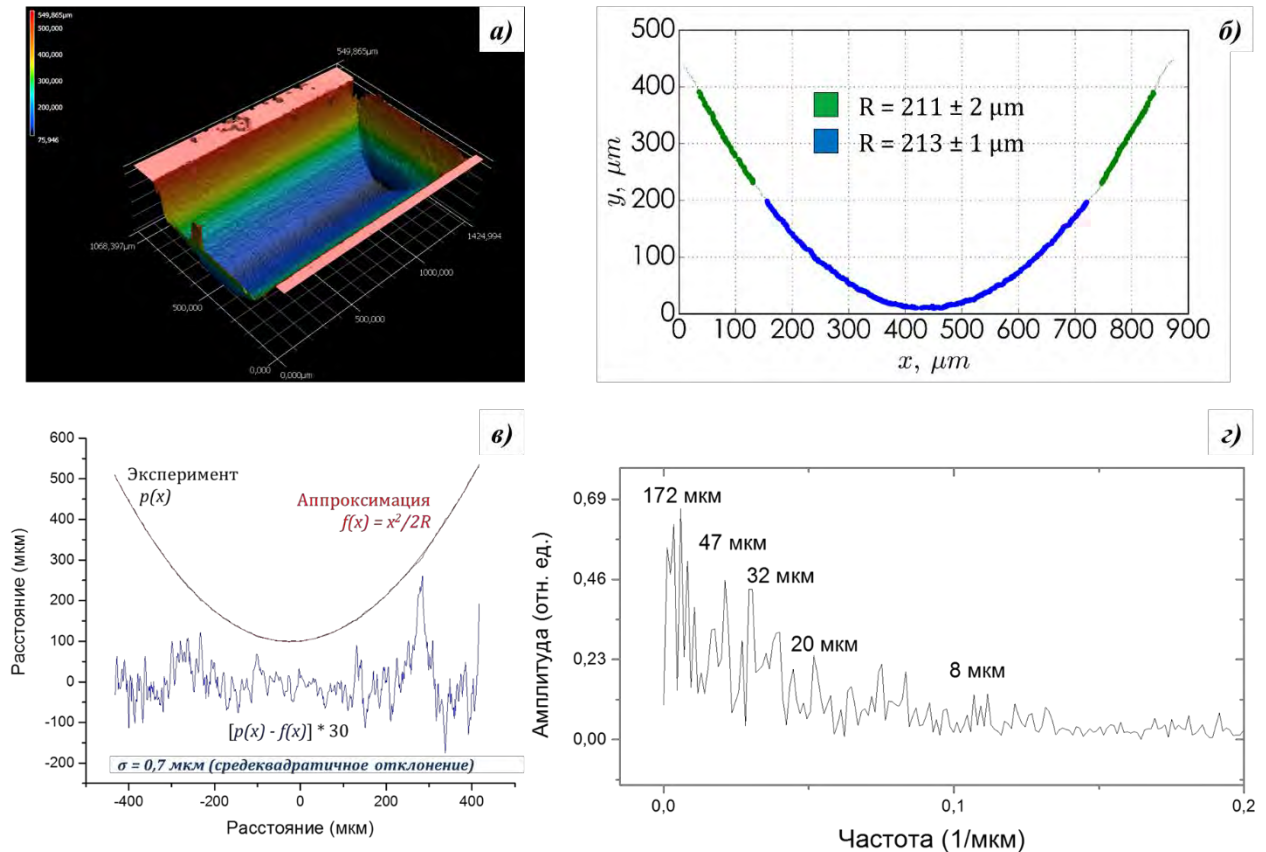


Рис. 2.19. Восстановленный профиль одномерной полу-линзы (а) с поперечным сечением, проведенным в центре (б). Экспериментальная кривая сечения аппроксимирована идеальной параболой с радиусом $R = 212 \mu\text{m}$. Разность экспериментальной и аппроксимационной кривой (в) свидетельствует о наличии периодической модуляции профиля (увеличено в 30 раз по оси y). Фурье-анализ разности кривых позволяет определить период присутствующих отклонений (г).

Аналогично, был восстановлен профиль одномерной алмазной полу-линзы (рис. 2.19). Параболическое сечение, проведенное в центре линзы, было аппроксимировано идеальной параболой с радиусом $R = 212 \mu\text{m}$ (б). Ввиду доработки технологического процесса изготовления одномерных полу-линз, по сравнению с двумерными, шероховатость поверхности уменьшилась до субмикронного значения $\tau = 0,7 \mu\text{m}$ (стандартное отклонение). Также, удалось добиться хорошей стабильности радиуса во всех точках профиля. Тем не менее, среднее значение радиуса на 6% отличается от заданного в большую сторону. Более того, при более внимательном

рассмотрении (в) становится видна периодическая модуляция профиля. Фурье-анализ модулированного профиля (г) позволяет определить период наиболее выраженных отклонений. Так, присутствуют отклонения с периодами, порядка ~ 170 мкм, ~ 50 мкм и ~ 10 -30 мкм. Отмечу, что отклонение с периодом 50 мкм было зарегистрировано и в методе рентгеновской интерферометрии. Стоит ожидать негативного влияния периодических отклонений на оптическую производительность линзы и в главе 3 будет приведено теоретическое моделирование этого влияния.

Комбинируя результаты определения радиуса одномерных линз методами рентгеновской томографии, рентгеновской интерферометрии и оптической профилометрии, становится понятно, что, в отличие от двумерных аналогов, одномерные полу-линзы обладают хорошей стабильностью радиуса по всей длине параболической траектории. Однако, среднее значение радиуса может варьироваться в пределах погрешности 6% относительно задаваемого значения $R = 200$ мкм.

Рамановская спектроскопия

В начале главы, при рассмотрении технологии процесса лазерной абляции, было отмечено образование графитизированного слоя при воздействии лазерного луча на поверхность. С одной стороны, такой слой отличается по плотности от алмаза, что, в контексте преломляющих рентгеновских линз, может приводить к рассеянию полезного излучения и падению коэффициента усиления линзы. С другой стороны, подобный слой на неидеальной и волнистой поверхности алмазной линзы может неким образом сгладить неровности и привести к улучшению качества профиля. Параметры графитизированного слоя могут быть легко оценены с помощью Рамановской спектроскопии. Суть метода Рамановской спектроскопии заключается в том, что через исследуемый образец пропускают оптическое излучение с заданной длиной волны, которое при контакте с образцом неупруго рассеивается. Анализируя спектры рассеянного света, можно делать выводы о химическом составе поверхности исследуемого образца.

При рассмотрении СЭМ-изображений поликристаллических алмазных линз, изготовленных фемтосекундным лазером, упоминалось о двух типах отклонения поверхности от идеальной – наноразмерных «шипах» в основной части линзовой поверхности и волнистых канавках в других малочисленных областях (рис. 2.10). На рисунке 2.20 представлены Рамановские спектры, снятые в трех разных местах - с поверхности алмаза, не обработанной лазером; с поверхности, где представлены нано-структурированные «шпицы», и с поверхности, где виден волнистый профиль. Как следует из Рамановского спектра, гладкая (нано-

структурированная) поверхность покрыта тонким слоем графита, что характеризуется наличием слабого G-пика на 1580 см^{-1} Рамановской кривой. Это - типичная ситуация, возникающая при лазерной абляции алмаза фемтосекундным лазером [94, 125]. Напротив, Рамановский спектр, снятый с поверхности с волнистым профилем показывает наличие толстого графитного слоя (что следует из хорошо наблюдаемых D- и G-пигов рис.2.20). Это может быть объяснено переосаждением углеродной выработки в случае, если процесс абляции в рассматриваемой области прекратился раньше, чем на близлежащих областях (стоит напомнить, что ходе резки линзовых профилей лазерный луч около 15 раз осуществлял проход по заданной траектории для повышения качества профиля уже сформированного отверстия). В любом случае, графитная фаза может быть легко удалена с поверхности химическими (или другими) методами, и, поэтому, не представляет проблемы для производства рентгенооптических элементов.

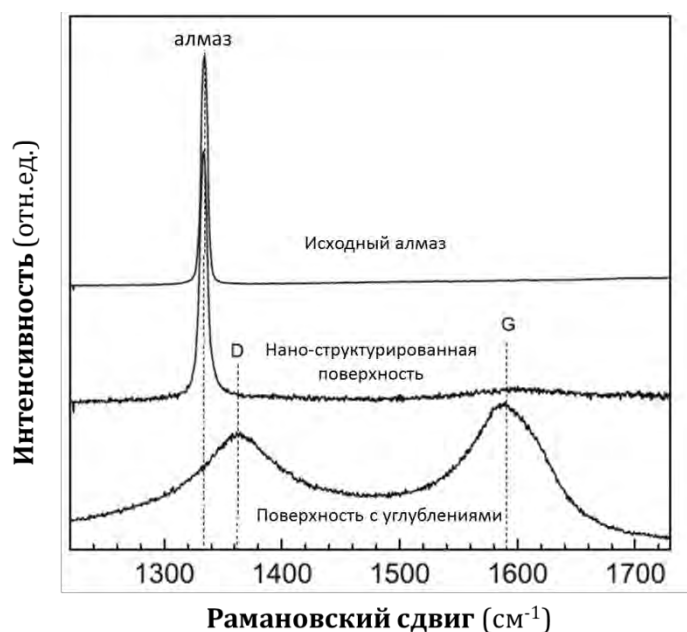


Рис. 2.20. Рамановские спектры исходного образца (поликристаллической алмазной пластины) и различных областей на линзовой поверхности после обработки. Графитизация поверхности представлена в нанофазе, о чем свидетельствует присутствие D и G областей на спектре.

2.2.3. Анализ структуры материала с помощью рентгеновской радиографии

Радиография – это метод получения информации о внутренней структуре образца за счет облучения его рентгеновским излучением насквозь и регистрации получаемого изображения (рис. 2.21, а). Все изготовленные линзы исследовались в режиме радиографии с субмикронным разрешением на станции ID06 ESRF. На рис. 2.21 и 2.22 представлены радиографические изображения линз из монокристаллического алмаза: СПЛ₂ планарной линзовой пластины, изготовленной компанией “Micro-Usinage Laser”; одиночной линзы “Almax”; двумерной и одномерной одиночных полу-линз, изготовленных в ТИСУМ. На всех изображениях, кроме

рис. 2.21 (г), оптические оси просвечиваемых линз совпадают с направлением падающего излучения, причем на изображении рис. 2.21 (в) две пластины с СПЛ₂ расположены взаимно перпендикулярно.

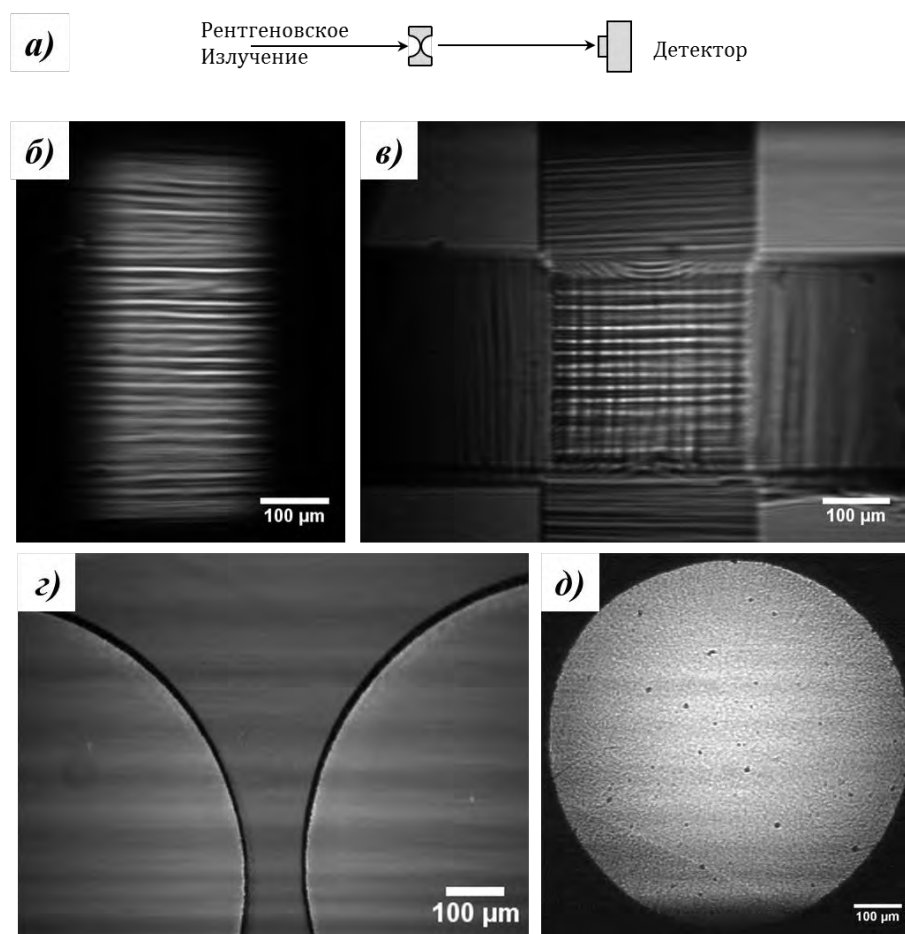


Рис. 2.21. Схема радиографического эксперимента (а) и радиографические изображения преломляющих рентгеновских линз из монокристаллического алмаза: планарные линзы, изготовленные компаниями “Micro-Usinage Laser” (б, в) и “Almax” (г); двумерные одиночные полу-линзы, изготовленные в ТИСНУМ (д). На изображении (в) две пластины с линзами расположены взаимно перпендикулярно. Изображение (г) показывает вид линзы “Almax” сбоку.

Монокристаллический алмаз, ввиду своего структурного совершенства является, в своем объеме, рентгено-аморфным материалом. Поэтому, все неоднородности, наблюдаемые на изображениях вызваны дефектами поверхности линзы и свидетельствуют о неидеальности ее обработки лазером. Подтверждением данному утверждению служит радиографическое изображение на рис. 2.21 (г), показывающее боковой вид линзы “Almax”. Видно, что объем монокристаллического материала однороден для рентгеновских лучей и не вызывает возникновения контраста. Отсюда, из анализа контраста изображений линз, в которых их оптические оси были параллельны падающему излучению, можно судить о наличии шероховатости и неоднородности поверхности. Такая визуальная оценка носит не только

качественный, но и количественный характер. На рис. 2.22 (а) приводится радиографическое изображение той же самой одномерной алмазной полу-линзы, профиль которой был представлен на рис. 2.15 при исследовании методом рентгеновской решеточной интерферометрии.

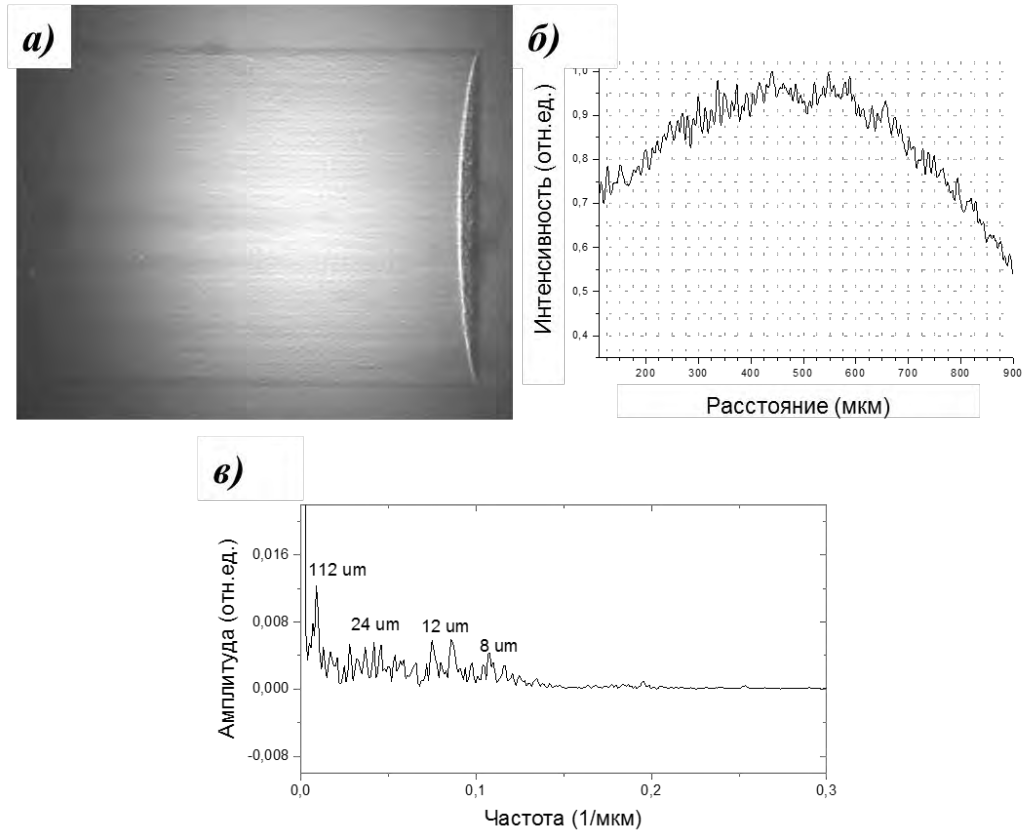


Рис. 2.22. Радиографическое изображение одиночной алмазной одномерной полу-линзы (а). Вертикальное сечение изображения (б) усреднено по длине линзы 150 мкм, для соответствия усреднению в эксперименте по решеточной интерферометрии. Фурье – анализ (в) кривой (б) свидетельствует о наличии периодических отклонений.

Изображение было снято на энергии падающих фотонов 8 кэВ, и на рис. 2.22 (б) представлено вертикальное сечение изображения, усредненное по длине линзы 150 мкм, для соответствия усреднению в эксперименте по решеточной интерферометрии. Фурье-анализ (в) показывает наличие периодических отклонений профиля, внесенных лазером и имеющих периоды 8 мкм, 12 мкм, 24 мкм, 112 мкм. Из данного списка стоит исключить отклонение с периодом 112 мкм, так как контраст с этим периодом был сформирован не исследуемым образцом-линзой, а оптическими элементами на пути рентгеновского излучения на станции ID06 ESRF. В этом можно убедиться, взглянув на профиль падающего излучения на рис. 2.21 (г). Поэтому, необходимо быть аккуратным при интерпретации изображений, делая поправку на профиль

падающего излучения. Тем не менее, перечисленные значения отклонений (8 -24 мкм) хорошо согласуются с теми, что были получены при анализе линзы в оптическом профилометре. Факт наличия таких отклонений позволяет с уверенностью утверждать о снижении эффективности линзы и падении ее коэффициента усиления.

На рис. 2.23 представлена радиография поликристаллической составной алмазной линзы СПЛ₆ (N=6 одиночных линз с радиусом R = 200 мкм), изготовленной лазером с фемтосекундной длительностью импульса. Оптическая ось СПЛ совпадает с направлением падающего излучения.

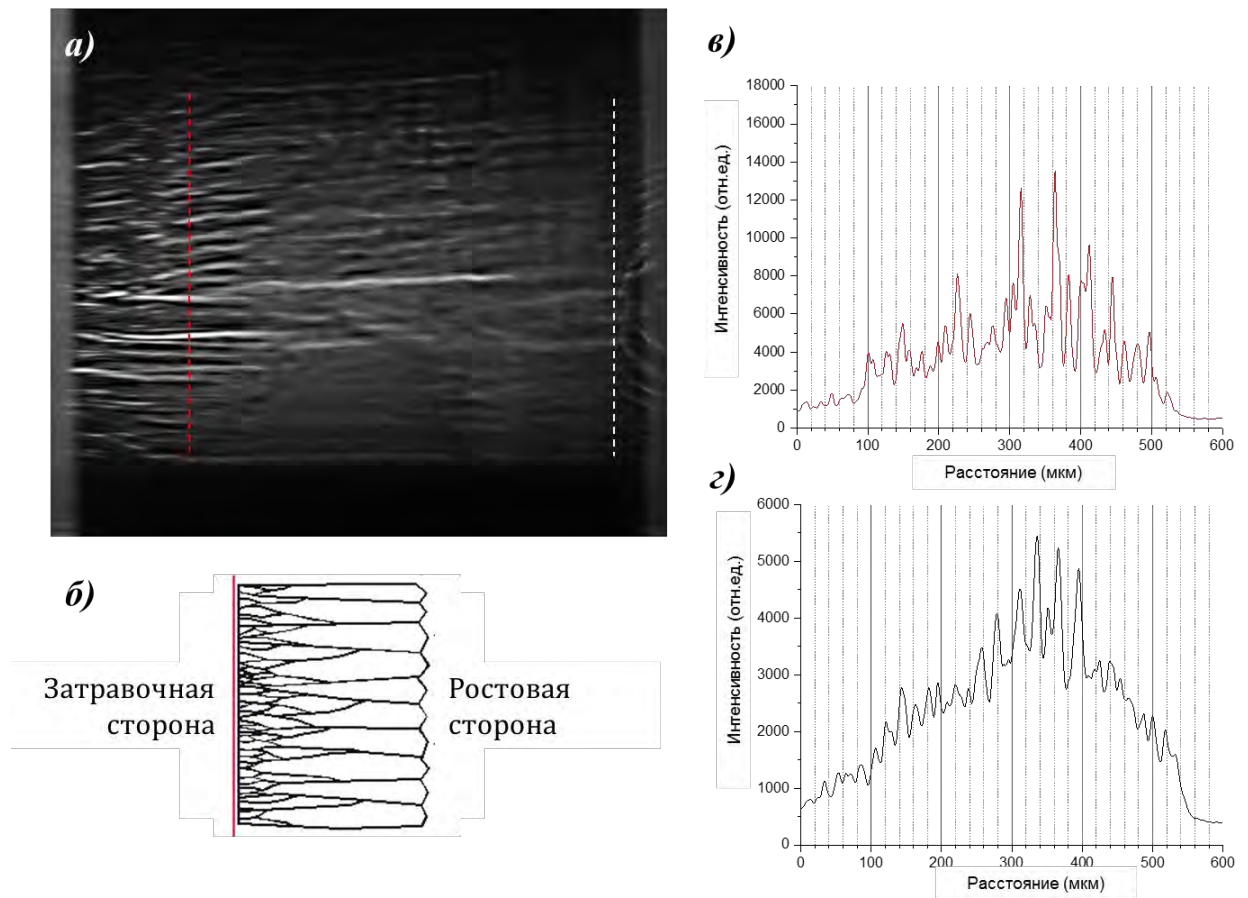


Рис. 2.23. Радиографическое изображение составной преломляющей рентгеновской линзы СПЛ₆ (N =6 одиночных линз с радиусом R = 200 мкм) из поликристаллического алмаза. (v) и (г) – вертикальные сечения изображения (a). Контрастные полосы формируются зернами поликристаллического материала (б) и имеют период 10-20 мкм вблизи затравочной стороны (v) и 20-40 мкм вблизи ростовой стороны (г).

На рисунке можно четко наблюдать горизонтальные полосы, имеющие, однако, принципиально иную природу, чем в случае вышеописанных монокристаллов. Учитывая информацию об очень малой доле волнистой поверхности линзы, полученную из изображений СЭМ, можно предположить, что полосы на рис. 2.23 связаны с объемом материала. Действительно,

поликристаллические CVD-пластины состоят из алмазных «колонн», перпендикулярных поверхности пластины и имеющих форму усеченного конуса (рис. 2.23, б). Процесс роста начинается из множества разупорядоченных затравочных нанокристаллов, которыми засеивается кремниевая подложка перед началом осаждения (затравочная сторона). Затем, кристаллы растут в направлении, перпендикулярном поверхности подложки. Ввиду зависимости скорости роста от кристаллографической ориентации отдельного кристаллита, некоторые кристаллиты доминируют над соседями, преграждая им путь и лишая возможности продолжать рост. Те кристаллиты, которые выиграли это единоборство, продолжают постепенно увеличивать свой размер в направлении, параллельном поверхности подложки. В результате, образуется колончатая алмазная структура, с доминирующим (110) направлением конкретно для той пленки, из которой изготавливались линзы [107]. Рентгеновское излучение чувствительно как к ориентации алмазных кристаллитов, так и к присутствию флуктуаций плотности на их границах. На рис. 2.23 (в) и (г) изображены вертикальные сечения радиографического изображения (а) вблизи затравочной и ростовой сторон, соответственно. Контрастные полосы имеют период 10-20 мкм вблизи затравочной стороны (в). Он увеличивается до 20-40 мкм при движении к ростовой стороне (г). Значение 40 мкм несколько меньше реальных размеров зерен (80 – 100 мкм) вблизи ростовой стороны, что легко объяснимо. В режиме радиографии, рентгеновское излучение проходит через объем материала, состоящего из случайно расположенных и ориентированных алмазных «колонн». Такое возрастание числа разупорядоченных межзеренных границ на пути излучения и уменьшает период наблюдаемых контрастных полос.

Итак, в данном случае мы имеем дело с поликристаллическим материалом, состоящим из монокристаллических колончатых зерен. Тогда, при определенных условиях и на определенной энергии, согласно закону Брэгга-Вульфа, будет происходить выполнение дифракционных условий и перекачка излучения из проходящего сквозь материал в отраженное. Практически, это будет приводить к ослаблению контраста в режиме радиографии в том месте, где располагается кристаллит. На рисунке 2.24 (а-г) представлены радиографические изображения поликристаллической СПЛ₆. Изображение (а) было снято на энергии падающих фотонов 11 кэВ, а для каждого следующего из изображений (б-д) энергия падающего излучения увеличивалась на 5 эВ. При изменении энергии на изображениях становится отчетливо видна эволюция контраста от одной из «колонн», попадающей в дифракционное положение. Стоит отметить, что данный эффект должен быть, в первую очередь, учтен при изготовлении двумерных преломляющих линз, предназначенных для передачи изображений рассматриваемых в излучении объектов (рентгеновская микроскопия). Так, контрастные пятна будут присутствовать на передаваемом изображении объекта, снижая разрешение микроскопа. Именно этим фактором и обусловлен выбор в пользу монокристаллического материала.

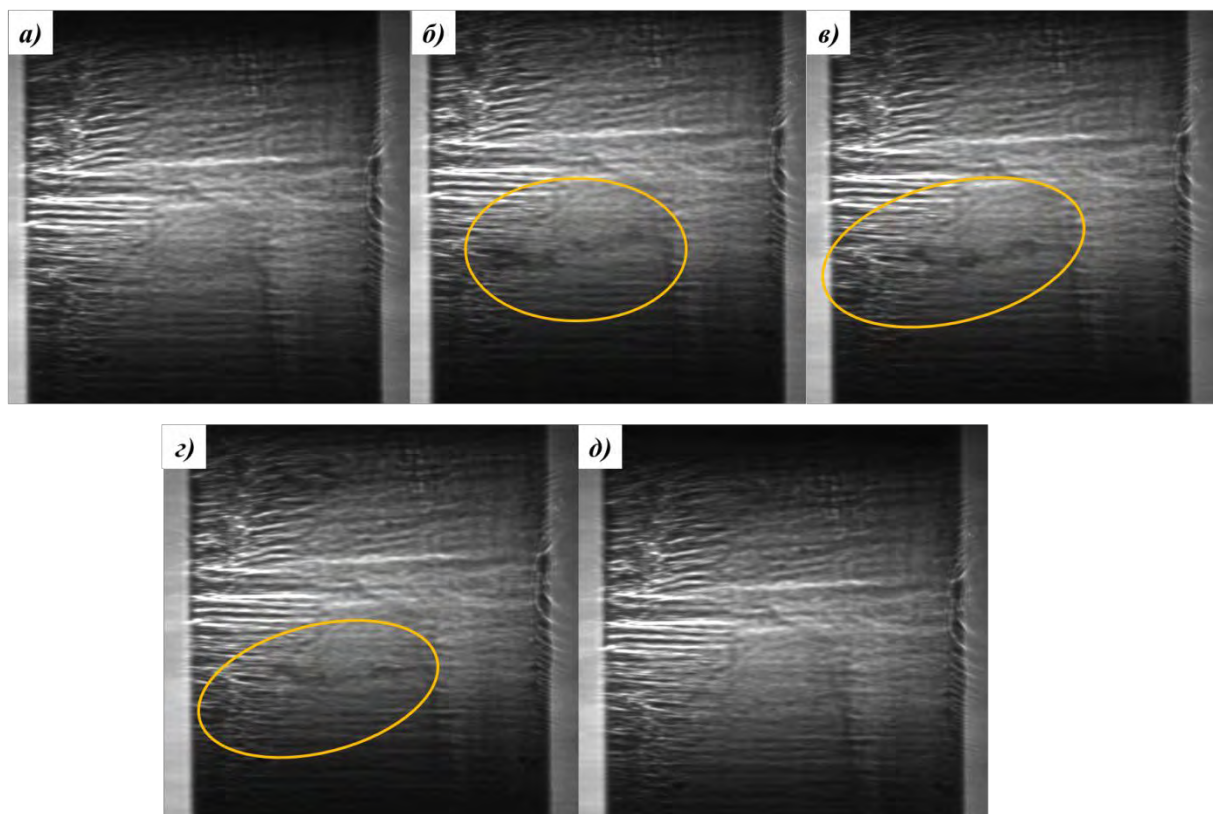


Рис. 2.24. Радиографические изображения поликристаллической СПЛ₆. Изображение (а) было снято на энергии падающих фотонов 11 кэВ, а для каждого следующего из изображений (б-д) энергия падающего излучения увеличивалась на 5 эВ. При изменении энергии на изображениях становится отчетливо видна эволюция контраста от одного из кристаллитов, попадающего в дифракционное положение.

2.2.4. Фокусировка рентгеновского излучения линзой

Проверка работоспособности линзы в режиме фокусировки рентгеновского излучения является одним из главных этапов тестирования, так как позволяет напрямую зарегистрировать и оценить качество получаемого фокуса и сделать выводы об эффективности данной линзы, как оптического устройства. Фокусировка рентгеновского излучения является, по сути, передачей изображения источника рентгеновского излучения вдоль одного (одномерные линзы) или двух (двумерные линзы) направлений в соответствии с принципами, изложенными в главе 1. В данном параграфе будут приведены результаты тестирования в фокусирующем режиме всех ранее описанных типов изготовленных алмазных линз. Тесты проводились как на лабораторных, так и на синхротронных источниках рентгеновского излучения.

Общий принцип тестирования линзы в фокусирующем режиме состоит в том, что идеальная линза должна передавать изображение исходного объекта (источника рентгеновского излучения), в соответствии с формулой тонкой линзы $1/F = 1/L_1 + 1/L_2$, с заданным увеличением

(уменьшением). Из несоответствия расчетных параметров - размера изображения, коэффициента усиления, расстояния L_2 от линзы до изображения - экспериментальным, можно будет судить о степени отклонения реальных линзовых характеристик.

Последовательность тестирования линзы в фокусирующем режиме такова. Одиночные линзы компонуются в СПЛ, которые устанавливаются на заданном расстоянии L_1 от источника рентгеновского излучения. В первую очередь, происходит измерение эффективной апертуры с помощью сканирования тонкой (10 мкм) щелью, установленной непосредственно перед линзой и регистрации прошедшего излучения PIN-диодом, установленным сразу после линзы. Полученное значение сравнивается с определенным теоретически. Затем, щели перед СПЛ устанавливаются на размер эффективной апертуры для фильтрации падающего на линзу излучения вне этой самой апертуры. Для заданной энергии падающих фотонов определяется фокусное расстояние СПЛ. Далее, из формулы тонкой линзы определяется расчетное расстояние L_2 , где устанавливается высокоразрешающая камера, с помощью которой будет производиться регистрация изображения. Происходит сканирование детектором по направлению, совпадающему с оптической осью линзы, с целью точного определения реального расстояния L_2 и регистрации изображения наименьшего размера. Размер экспериментально полученного изображения сравнивается с расчётным, который определяется как размер источника излучения, уменьшенный в $D = L_1/L_2$ раз. Учитывая, что источник рентгеновского излучения имеет Гауссово распределение интенсивности по вертикальной и горизонтальной осям, получаемое изображение должно, так же, иметь Гауссово распределение интенсивности в том направлении, в котором осуществлялась фокусировка. Несоответствие формы или размера получаемого изображения говорит о сферических aberrациях, возникающих из-за искажений профиля линзы.

Как было отмечено в главе 1, коэффициент усиления G - это отношение интегральной интенсивности в плоскости изображений линзы к интегральной интенсивности, собранной с той же самой площади плоскости изображений, при отсутствии линзы на оптическом пути проходящего излучения. Измерение коэффициента усиления производится с помощью PIN-диода, а расчет теоретических значений производится на основании формул, описанных в главе 1. Несоответствие расчетного и экспериментального значений объясняется рассеянием рентгеновского излучения на шероховатостях поверхности монокристаллического материала, идеального в объеме. В случае поликристаллического материала, дополнительное рассеяние может происходить и в объеме материала (зерна, включения), что снижает коэффициент усиления.

a) Линзы «Micro-Usinage Laser»

В таблице 2.1 приведены результаты тестирования двух монокристаллических линзовых пластин SET#1 и SET#2, изготовленных компанией “Micro-Usinage Laser”. Тесты проводились на станции ID06 ESRF на энергии падающего излучения 10.3 кэВ. Измеренная эффективная апертура СПЛ₂ и СПЛ₅ двух пластин SET#1 и SET#2 оказалась одинаковой и равной 650 мкм, что практически соответствует теоретическому значению 665 мкм. Ввиду равенства фокусных расстояний СПЛ₂ и СПЛ₅, фокусировка источника, с эффективным размером 40 мкм, производилась в вертикальном направлении на фиксированных значениях $L_1 = 55$ м (линза была установлена на Micro-Optics Test Bench) и L_2 (эксперимент.) = 8.3 м. Причем, экспериментальное значение L_2 полностью соответствовало расчетному с точностью до глубины фокуса ± 1 см.

Таблица 2.1. Результаты тестирования линз, произведенных компанией «Micro-Usinage Laser»

		СПЛ ₂ : N=2 линз с радиусом R=200мкм		СПЛ ₅ : N=5 линз с радиусом R=500мкм	
		SET#1	SET#2	SET#1	SET#2
Размер изображения (FWHM), мкм	Эксперимент.	5.7	6.3	6.2	7.6
	Теоретич.	6			
Коэффициент Усиления	Эксперимент.	35	34	23	22
	Теоретич.	107	97	83	68
Шероховатость (мкм)	Из эксперим. результатов	1.5	1.5	1	1

Размеры полученного изображения (FWHM) совпали с теоретически ожидаемым (6 мкм) для СПЛ₂ и СПЛ₅ пластины SET#1, в пределах погрешности детектора, равной размеру его пикселя 0.645 мкм. На изображении (рис. 2.25, б), полученном при фокусировке СПЛ₂ SET#, видна однородность распределения интенсивности по горизонтали, что свидетельствует об очень хорошей степени вертикальности боковых стенок линзы. Профиль распределения интенсивности (рис. 2.25, в) изображения (б) в вертикальном направлении совпадает с большой степенью точности с Гауссовой кривой, шириной 5.7 мкм (FWHM).

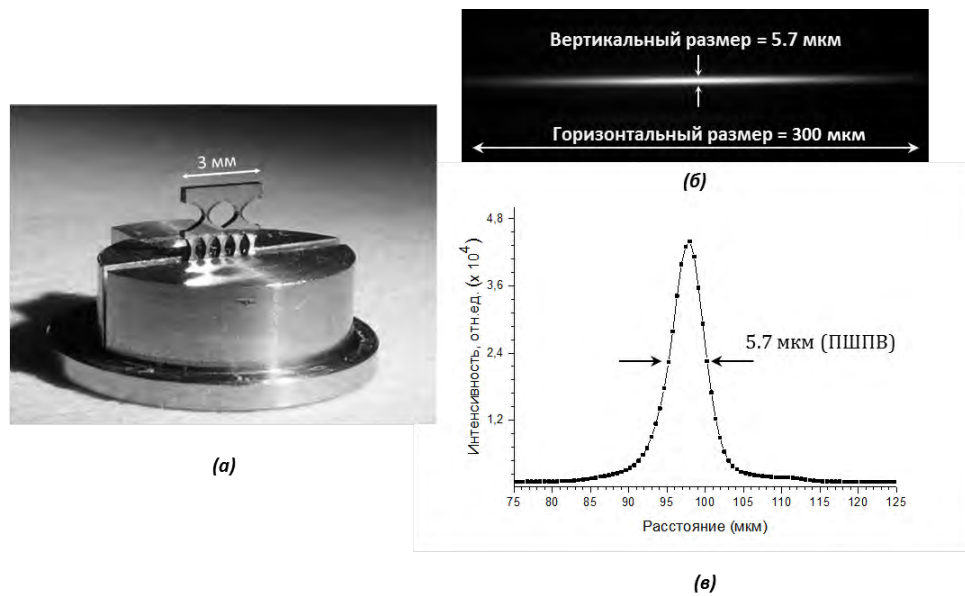


Рис. 2.25. (а) Линзовая пластина, механически закрепленная на держателе для проведения тестов в рентгеновском излучении. (б) Изображение фокальной линии, полученное при фокусировке излучения СПЛ₂ пластины SET#1. Горизонтальный размер изображения равен 300 мкм, что соответствует толщине алмазной пластины. (в) Гауссов профиль распределения интенсивности в вертикальном направлении с FWHM, равной 5.7 мкм.

Результат, полученный для СПЛ₂ пластины SET#2 также совпал с теоретически ожидаемым, однако линза СПЛ₅ этой пластины продемонстрировала ухудшенную фокусировку, по сравнению с пластиной SET#1, и это связано, в первую очередь, с более грубым профилем поверхности пластины SET#2, что было видно из изображений СЭМ.

Для всех наборов, коэффициент усиления G оказался меньше теоретически ожидаемого, что связано с шероховатостью линзовой поверхности, внесенной лазером. Определяя шероховатость на основании экспериментальных результатов и формулы 1.37, можно получить значение $\tau = 1.25 \pm 0.25$ мкм (среднеквадратичное отклонение).

Дополнительно, фокусирующие свойства СПЛ₂ SET#1 были изучены на энергии падающего рентгеновского излучения 7.6 кэВ. Расстояние L_2 , равное 4.3 м обеспечило фокусировку излучения с уменьшением в 13 раз. В этом случае вертикальный размер сфокусированного изображения Δ составил 3.1 мкм. Стоит отметить, что угловое разрешение СПЛ [126], в простейшем случае, задается как Δ/L_2 и равняется 0.72 мкрад, и полученное значение $\Delta = 3.1$ мкм свидетельствует о том, что неточность профиля, по крайней мере, меньше этого значения. Проводя аналогию с рентгеновскими зеркалами, где среднеквадратичное отклонение профиля определяется как $\Delta/2.36 \times 2L_2$, мы получим значение 0.15 мкрад для линз. Данное отклонение сопоставимо с высококачественными рентгеновскими зеркалами, однако

рефракционная оптика обладает преимуществом ввиду более низкой стоимости и более низких требований к идеальности поверхности.

Б) Линзы «Almax»

Пять одиночных планарных линз, произведенных компанией “Almax” были составлены в единую СПЛ (рис. 2.26, а) для тестов на станции ID06 ESRF. Особенностью теста было то, что СПЛ устанавливалась не после, а перед монохроматором – в этом случае она производила фокусировку, так называемого, “белого” излучения, выходящего напрямую из ондулятора, а монохроматор играл роль энергетического фильтра после линзы. СПЛ была установлена вертикально на моторизованный держатель на расстоянии $L_1 = 30.5$ метров от ондулятора, а кристаллы монохроматора были сориентированы таким образом, чтобы производить отбор проходящего излучения с энергией 14.8 кэВ. За счет подобной энергетической фильтрации и учитывая, что фокусное расстояние линзы энергозависимо, можно добиться четкой фокусировки без хроматических aberrаций на расчетном расстоянии $L_2 = 29.6$ м. Важно отметить, что эффективная апертура СПЛ для падающих фотонов с энергией 14.8 кэВ значительно превышает ее физическую апертуру и, потому, не имеет смысла. Однако, учитывая сферичность профиля одиночных линз, для применения параболического приближения (параграф 1.3.1) необходимо ограничить вертикальную приемную апертуру линзы до соответствия значению $A_t = 376$ мкм (формула 1.25, $F = 15$ м), что и было сделано с помощью коллимационной щели, установленной перед линзой. Для перестраховки (в том числе, во избежание оплавления металлических держателей линзы высокомоушным пучком рентгеновских лучей), размеры щели были заданы равными 300 и 500 мкм в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно.

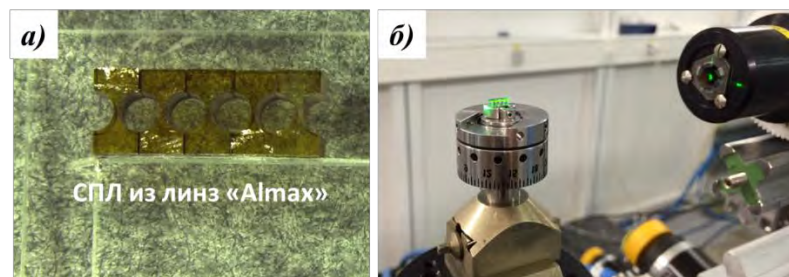


Рис. 2.26. (а) СПЛ, составленная из пяти одиночных линз, изготовленных из монокристаллического алмаза компанией “Almax”. (б) Линза, закрепленная на держателе для проведения тестов в рентгеновских лучах.

Экспериментально определенное расстояние L_2 составило 29 м, чуть не совпав с расчетным значением в пределах глубины фокуса ± 20 см. Изображение сфокусированного излучения было зарегистрировано с помощью высокоразрешающей CCD-камеры (размер пикселя - 0.56 мкм) и представлено на рис. 2.27. Оно являлось однородным по всей ширине,

свидетельствуя о хорошей степени вертикальности боковых стенок и высоком качестве сферического профиля линзы. Вертикальный размер изображения оказался равен 24 мкм (FWHM Гауссового распределения), что соответствует первоначальному размеру объекта-источника 25 мкм (FWHM). Такой малый размер источника излучения был получен благодаря самой схеме эксперимента – за счет первичной пре-фокусировки излучения линзой и энергетической дисперсии её фокусного расстояния, была снижена термическая нагрузка на монохроматор, что уменьшило степень его “дрожания” при работе охлаждающей системы. Также, за счет более раннего создания линзой сходящегося пучка рентгеновских лучей, удалось повысить плотность потока фотонов в точке фокусировки и уменьшить время выдержки на рентгеновской камере, ослабив негативное влияние временных эффектов “дрожания” монохроматора на изображение.

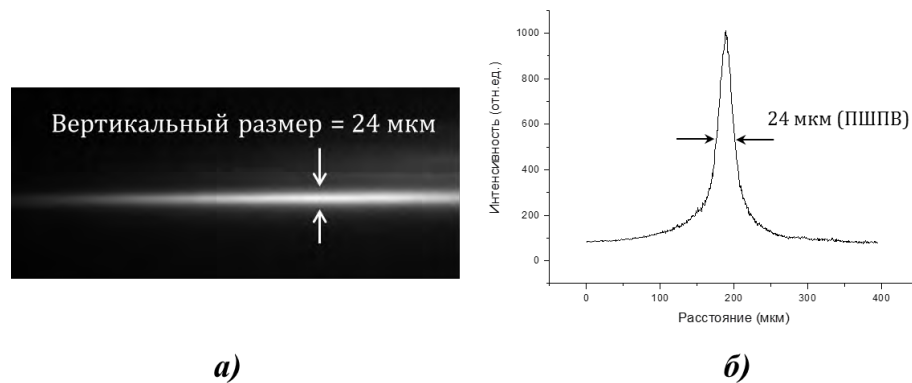


Рис. 2.27. а) Изображение фокальной линии, полученное при фокусировке излучения СПЛ, состоящей из пяти одиночных линз со сферическим профилем поверхности ($R = 500$ мкм). б) Вертикальный размер изображения равен 24 мкм (FWHM Гауссового распределения), что соответствует первоначальному размеру объекта-источника 25 мкм (FWHM).

Измеренный коэффициент усиления оказался равен 3, в то время как теоретическое значение для данной схемы составляло 7.7. Используя формулу 1.37, получаем значение шероховатости поверхности 1.2 мкм (среднеквадратичное отклонение).

В дополнение, стоит сказать, что ширина двухкристальной кривой качания Si (111) на энергии 14.8 кэВ, равна 25 мкрад, в то время как угловая расходимость лучей после прохождения линзы была равна 7 мкрад. Это означает, что монохроматор полностью пропускал всё полезное излучение с энергией 14.8 кэВ в экспериментальной схеме.

Алмазные линзы освещались пучком рентгеновских лучей на протяжении 5 часов без какого-либо специального охлаждения - отвод тепла осуществлялся за счет нахождения линзы в воздушной среде с температурой 20° С. При мощности падающего излучения, равной 350 Вт/мм², поглощенная доза составила 1 ТДж/кг и за это время не было замечено деградации позиции

сфокусированного изображения, его размера и коэффициента усиления, что в очередной раз подтверждает высокую термическую и радиационную устойчивость алмазных преломляющих линз в качестве широко-апертурной пре-фокусирующей и пре-коллимирующей оптики для высокоомощного излучения.

В) Планарные линзы из поликристаллического алмаза

Линзовая пластина из поликристаллического алмаза тестировалась в фокусирующем режиме как на лабораторном, так и на синхротронном источниках рентгеновского излучения. Первичные тесты проводились на лабораторном источнике излучения Excillum “Metal Jet”, описанном в главе 1. Он был настроен на генерацию излучения размером 20×80 мкм² в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно. Схема эксперимента показана на рис. 2.28. Для выделения характеристической линии Ga K α 1 с энергией 9.25 кэВ путем фильтрации высокоэнергетической составляющей спектра было использовано кремниевое зеркало скользящего падения, установленное под критическим углом $\Theta_c = 0.2^\circ$. Принцип подавления высокоэнергетического излучения зеркалами скользящего падения описан в главе 4. При данном критическом угле отраженная интенсивность Ga K α 1 излучения оказалась в 4 раза меньше исходной, а интенсивность In K α 1 (24.21 кэВ), присутствующей в спектре, ослабилась в 9×10^3 раз.

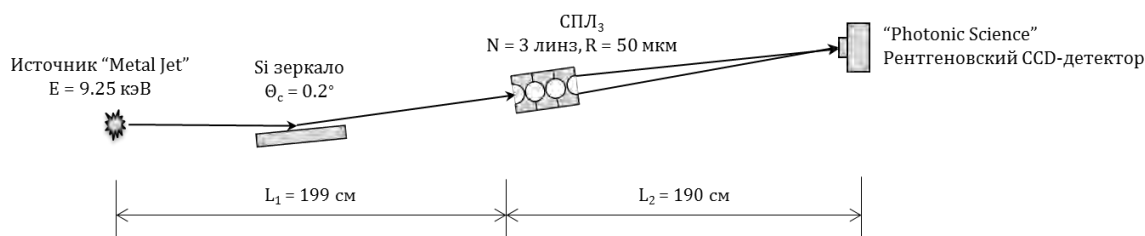


Рис. 2.28. Схема эксперимента по тестированию на лабораторном источнике Excillum “Metal Jet” СПЛ₃ с тремя одиночными линзами, радиусом 50 мкм, в пластине из поликристаллического алмаза.

Ввиду геометрических особенностей лабораторной установки, была протестирована только СПЛ₃ (N = 3 одиночных линзы с радиусом R = 50 мкм), установленная на расстоянии L₁ = 199 см от источника излучения. Ее измеренная эффективная апертура равнялась 220 мкм, практически совпав с теоретическим значением 230 мкм. В данной схеме не использовались коллимационные щели перед линзой. Фокусное расстояние, F, на такой энергии равнялось 97 см и, в соответствии с формулой тонкой линзы, теоретическое расстояние от линзы до плоскости

изображений, L_2 , составило 190 см. Практическое расстояние L_2 точно совпало с теоретическим и в этом месте рентгеновской CCD-камерой “Photonic Science” (размер пикселя – 6.5 мкм) было зарегистрировано сфокусированное изображение, представленное на рис. 2.29. Размер изображения в вертикальном направлении составил $30 (\pm 6.5)$ мкм, вместо ожидаемого теоретического значения 20 мкм. Погрешность 6.5 мкм связана с разрешением CCD-камеры.

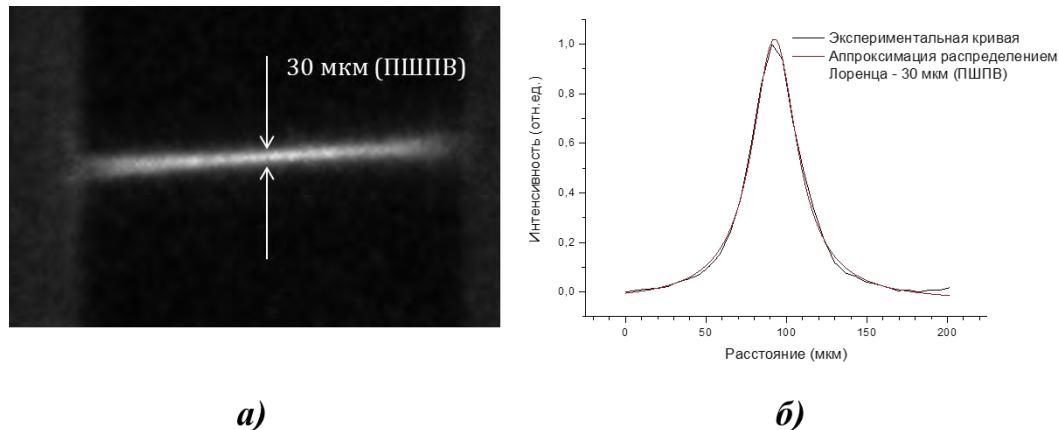


Рис. 2.29. Изображение фокальной линии (а), полученное при фокусировке излучения СПЛ₃ поликристаллической пластины, и его вертикальное поперечное сечение (б). Размер изображения равен 30 мкм (FWHM распределения Лоренца).

Несовпадение может быть объяснено следующим. Ранее уже отмечалась невертикальность боковых стенок линзы с углом отклонения $\alpha = 1,7^\circ$. Фактически, это означает различие радиусов параболических профилей в каждом поперечном сечении пластины (при рассмотрении сечений параллельно её основным плоскостям), что влечет за собой различие фокусных расстояний для каждого из таких сечений. Это приводит к неоднородности сфокусированного изображения, своеобразной «бабочке» фокусировки по глубине пластины, хорошо наблюдаемой на рисунке 2.29 (а). Резкое изображение наблюдается в центре пластины, где расстояние L_2 подобрано для достижения наименьшего фокуса. А по мере движения к краям пластины, размытие увеличивается, за счет отклонений радиуса в каждом сечении и, соответственно, изменения фокусных расстояний. При настройке расстояния L_2 из соображений достижения наименьшего фокуса у края пластины (рис. 2.30), бабочка вырождается в раздвоенную линию. Более того, профиль линзы можно считать строго параболическим только вблизи той поверхности пластины, с которой начиналась лазерная обработка. Далее, по мере движения к противоположной поверхности пластины, невертикальность боковых стенок не только уширяет параболический профиль в каждом сечении, но и лишает его параболичности в принципе. Это приводит к появлению сферических aberrаций, мешающих фокусировке излучения с расчетным уменьшением.

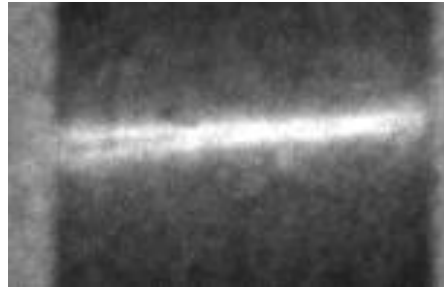


Рис. 2.30. Раздвоение фокуса СПЛ₃, связанное с невертикальностью боковых стенок.

Для получения более точной информации, пластина с линзами была изучена на станции ID06 ESRF. Для сравнения результатов с тестами на лабораторном источнике, производились тесты преимущественно СПЛ₃, на энергии падающего излучения 11 кэВ. Линза была установлена после монохроматора, на расстоянии $L_1 = 57$ метров от источника. Измеренная эффективная апертура, A_{eff} , составила 280 мкм, практически совпав с теоретическим значением 300 мкм. Размер коллимационных щелей S_3 , установленных перед СПЛ₃, был задан из соображений соответствия эффективной апертуре равным 300×500 мкм² в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно. Фокусировка источника, размером 40 мкм, производилась в вертикальном направлении и расчетное значение $L_2 = 1.41$ м не совпало с экспериментально определенным $L_2 = 1.42$ м в пределах глубины фокуса ± 1 мм. На рис. 2.31 представлено изображение сфокусированного излучения с вертикальным размером 2.8 мкм (FWHM), что существенно больше теоретически ожидаемого значения 1 мкм. На изображении можно легко проследить все те же недостатки, что были обсуждены выше – неоднородность и «бабочкообразность» фокуса. Экспериментально измеренный коэффициент усиления G , равный 29, оказался меньше теоретически ожидаемого значения, 88, что связано с шероховатостью поверхности. Определяя шероховатость на основании экспериментальных результатов из формулы 1.37, можно получить значение 1.2 мкм (среднеквадратичное отклонение). Стоит сделать оговорку, что реальное значение шероховатости было измерено в АСМ и составило 0.3 мкм. Такое различие объясняется тем, что уменьшение коэффициента усиления вызвано не только шероховатостями поверхности, но и рассеянием на внутренней структуре поликристаллического образца, описанной ранее.

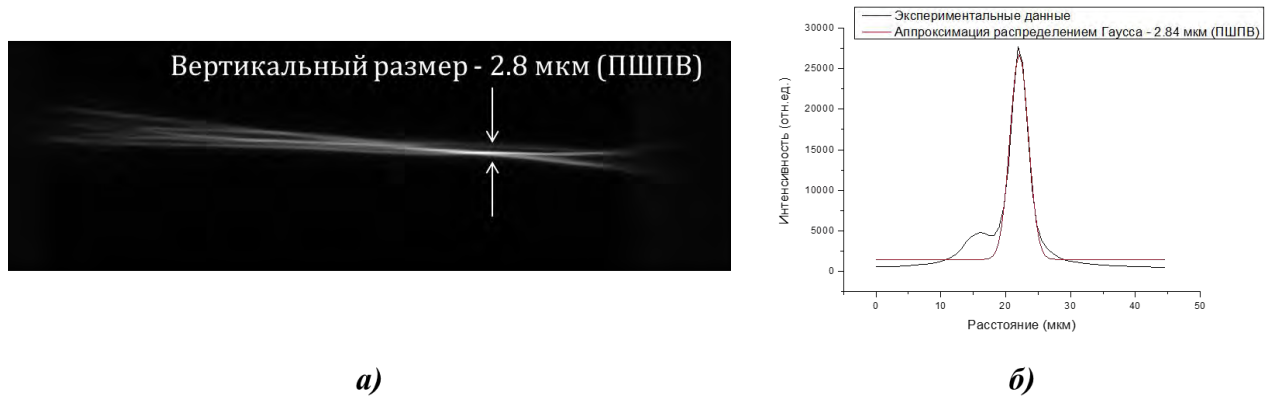


Рис. 2.31. Изображение фокальной линии (а), полученное при фокусировке излучения СПЛ₃, и его вертикальное поперечное сечение (б) Размер изображения равен 2.8 мкм (FWHM распределения Гаусса).

Г) Одномерные полу-линзы, изготовленные в ТИСНУМ

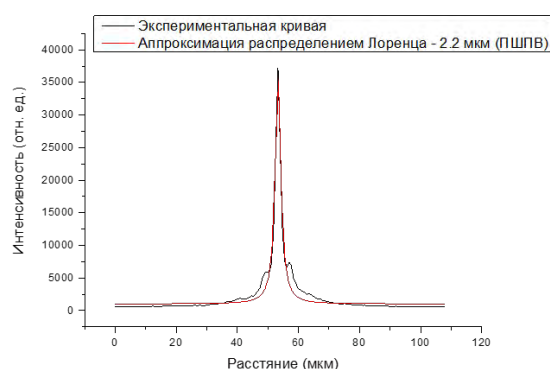
Одномерные полу-линзы из монокристаллического алмаза были, также, протестированы на станции ID06 ESRF, в фокусирующем режиме. Тесты проводились на энергии падающего монохроматического излучения 8 кэВ. Двенадцать полу-линз были скомпонованы в единую СПЛ₁₂ и установлены на расстоянии $L_1 = 56.3$ м от источника излучения для фокусировки в вертикальном направлении. Размер измеренной эффективной апертуры составил 260 мкм, что совпало с теоретическим значением. Коллимационные щели перед линзой (300×1200 мкм²) были установлены из соображений соответствия эффективной апертуре в вертикальном направлении и практически всей длине линзы в горизонтальном направлении. Расчетное расстояние L_2 от СПЛ₁₂ до плоскости изображений было равно 1.5 м. Ожидаемое уменьшение источника в таком случае составило $D = L_1/L_2 = 37$.

Изображение сфокусированного излучения (рис. 2.32) было экспериментально получено на расстоянии $L_2 = 1.53$ м, что не соответствует расчетному значению с учетом глубины фокуса 3 мм. Фокальная линия была однородна, а ее вертикальный размер составил 2.2 мкм. Это значение ровно в два раза больше ожидаемого, 1.1 мкм (в соответствии с уменьшением), что связано с периодическими отклонениями линзового профиля, обсужденными ранее. Напомню, что оптическая профилометрия и рентгеновская томография и интерферометрия показали стабильность значения радиуса одиночной полу-линзы вдоль всей длины параболической кривой. Тогда, из экспериментального значения L_2 , не соответствующего расчетному, используя формулу тонкой линзы, можно определить реальный радиус одиночной полу-линзы, $R = 204 \pm 1$ мкм (усредненное значение для всех полу-линз в СПЛ₁₂). Как видно, оно лежит в пределах относительной погрешности 6%, обсужденной на стр.77.

Измеренное значение коэффициента усиления G составило 20. Определяя шероховатость на основании экспериментальных результатов, можно получить значение 0.6 мкм (среднеквадратичное отклонение). Данное значение хорошо согласуется с измерениями АСМ и оптической профилометрии.



a)



б)

Рис. 2.32. Изображение фокальной линии (*a*), полученное при фокусировке излучения СПЛ₁₂ ($N = 12$ одномерных полу-линз с $R = 200$ мкм), и его вертикальное поперечное сечение (*б*) Размер изображения равен 2.2 мкм (FWHM).

Д) Двумерные полу-линзы, изготовленные в ТИСНУМ

Двумерные параболические полу-линзы из монокристаллического алмаза, тестировались в режиме фокусировки как на лабораторном, так и на синхротронном источниках рентгеновского излучения. Первичные оценочные тесты проводились на лабораторном источнике излучения Excillum “Metal Jet”. Он был настроен на генерацию излучения размером 20×20 мкм² в вертикальном и горизонтальном направлениях. Схема эксперимента практически совпадает с изображенной на рис. 2.28, однако, в данном случае, отсутствовало кремниевое зеркало скользящего падения для фильтрации высокоэнергетической составляющей спектра. 28 полу-линз были скомпонованы в СПЛ₂₈ и установлены на расстоянии $L_1 = 164$ см от источника излучения. Коллимационные щели перед СПЛ не использовались. Измеренная эффективная апертура СПЛ₂₈ равнялась 210 мкм, совпав с теоретическим значением. Фокусное расстояние, F ,

на энергии 9.25 кэВ составило 84 см и, в соответствии с формулой тонкой линзы, теоретическое расстояние, L_2 , от линзы до плоскости изображений, было равно 1.72 м. Практическое расстояние $L_2 = 1.59$ м не совпало с теоретическим, в пределах глубины фокуса ± 4 мм. Сфокусированное изображение (рис. 2.33) было зарегистрировано рентгеновской CCD-камерой “Photonic Science” (размер пикселя – 6.5 мкм). Размер изображения в вертикальном и горизонтальном направлениях составил 40 ± 6.5 мкм, превышая ожидаемое теоретическое значение 20 мкм, что было вызвано неидеальностью линзового профиля. Погрешность 6.5 мкм связана с разрешением CCD-камеры.

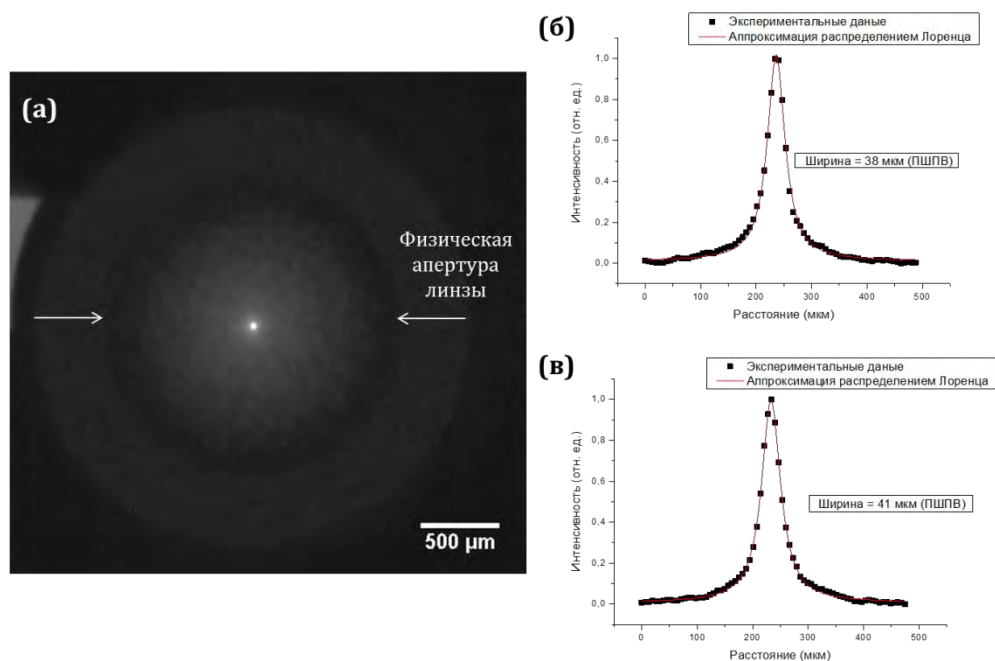


Рис. 2.33. Изображение (а), полученное при лабораторной фокусировке излучения СПЛ₂₈ ($N = 28$ двумерных полу-линз с $R = 200$ мкм); физическая апертура линзы видна за счет её просвета высокоэнергетическим излучением. Размер горизонтального (б) и вертикального (в) сечений изображения совпадает в пределах погрешности и равен $\sim 40 \pm 7$ мкм (FWHM распределения Лоренца).

Дальнейшие тесты двумерных линз были проведены на станции ID06 ESRF. Для фокусировки излучения было использовано $N = 31$ двумерных алмазных полу-линз в СПЛ₃₁, которая была установлена на расстояние $L_1 = 56.5$ м от источника излучения. На энергии излучения 12.07 кэВ, эффективная апертура СПЛ₃₁ составила 300 мкм и коллимационные щели перед СПЛ₃₁ были настроены для соответствия этому значению. Расчетное расстояние ($L_2 = 1.44$ м) не совпало с экспериментальным ($L_2 = 1.32$ м) в пределах глубины фокуса ± 1 мм. Несовпадение объясняется отклонениями радиуса параболического профиля, описанными в параграфе 2.2.2. Сфокусированное изображение представлено на рис. 2.34. Можно отметить

хорошую однородность фокальной линии, однако ее вертикальный размер (6 мкм – FWHM распределения Лоренца) в несколько раз превысил ожидаемое значение 1 мкм. Такое отклонение, опять же, объясняется исключительно неидеальностью линзового профиля. В главе 3 будет приведено теоретическое моделирование влияния такого отклонения как на размер получаемого изображения, так и на экспериментальное расстояние L_2 .

Измеренное значение коэффициента усиления G составило 45 вместо расчетного значения 4000, что было вызвано шероховатостью поверхности. Определяя шероховатость на основании экспериментальных результатов из формулы 1.37, можно получить значение 1.2 ± 0.1 мкм (среднеквадратичное отклонение). Данное значение шероховатости хорошо соотносится со значениями, полученными ранее на АСМ и оптических профилометрах.

В завершение, была произведена оценка усредненной толщины линзовых перешейков d (расстояние между вершиной параболоида и дном алмазной пластины) в СПЛ₃₁. Для этого, измерялись интенсивности излучения до и после его прохождения через центральную часть СПЛ₃₁ и из закона Бугера-Ламберта-Бера (выражение 1.14) определялось среднее значение d для одной алмазной полу-линзы в СПЛ₃₁. Оно составило $d = 50 \pm 2$ мкм.

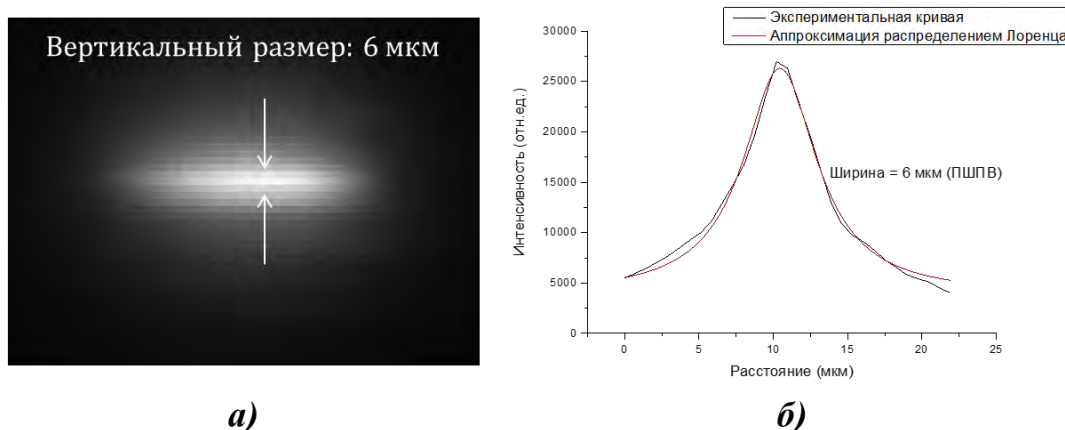


Рис. 2.34. Изображение фокальной линии (а), полученное при синхротронной фокусировке излучения СПЛ₃₁ ($N = 31$ двумерных полу-линз с $R = 200$ мкм) и вертикальное поперечное сечение изображения (б). Размер изображения равен 6 мкм (FWHM).

Дополнительные тесты по фокусировке излучения двумерными алмазными полу-линзами были проделаны на источнике синхротронного излучения Argonne Photon Source Аргоннской Национальной Лаборатории (США) и описаны в работе [127]. Логика проведения экспериментальных измерений и полученные результаты совпадают с теми, что описаны выше и, поэтому, не будут приведены в данной работе.

2.2.5. Передача изображения линзой и рентгеновская микроскопия

Уже отмечалось, что фокусировка рентгеновского излучения, описанная в предыдущем параграфе, является частным случаем передачи линзой изображения. Так, одномерные линзы передавали изображение источника с уменьшением только в вертикальном направлении, а двумерные – осуществляли полноценную передачу изображения, сохраняя пропорции источника. Передача изображения осуществлялась в соответствии с формулой тонкой линзы и принципами, описанными в главе 1. Более того, на протяжении всей истории, линзы служили человечеству преимущественно для приложений микроскопии, позволяя рассматривать с увеличением детали интересующих их сложных объектов. Функционируя в соответствии с базовыми оптическими законами, рентгеновские линзы не являются исключением и способны передавать увеличенные изображения объектов, освещаемых рентгеновскими лучами. В силу того, что рентгеновское излучение чувствительно к внутренней микро- и нано-структуре веществ, рентгеновские линзы позволяют рассматривать с увеличением детали этой самой структуры. Бериллиевые параболические преломляющие рентгеновские линзы широко используются для микро-[58] и нано-томографии [128], микроскопии мезоскопических материалов [53], фотонных кристаллов [129] и коллоидных растворов [51], поверхностных эффектов и других различных приложений [9, 57]. Такие линзы позволяют разрешать детали, размером менее 100 нм, за счет очень высокого качества профиля и поверхности линзы. Максимальное разрешение линзы определяется следующим. Для использования линзы в качестве объектива микроскопа и получения высокого разрешения, необходимо, чтобы она вносила минимум возмущений в передаваемый волновой фронт. В первую очередь, это достигается за счет рентгеноаморфности самого линзового материала. Так, крупные зерна в поликристаллическом материале линз вносят искажения в передаваемые изображения, что было наглядно продемонстрировано в параграфе 2.2.3 при рассмотрении радиографии алмазных линз. Для минимизации данного эффекта необходим поликристаллический материал с наноструктурированными зернами, а ещё лучше - монокристалл. Во-вторых, необходимо достижение высокого качества обработки поверхности и отсутствия ошибок параболической формы, шероховатостей, нарушения структуры приповерхностного слоя в линзе. Несмотря на очень высокое качество изготовления, разрешение поликристаллических бериллиевых линз ограничено внутренней структурой материала. Алмазные линзы же, за счет своей монокристаллической структуры, могут оказаться перспективнее, но при условии достижения высокого качества обработки линзовой поверхности. Поэтому, в данной работе, были произведены тесты по передаче изображения и микроскопии тестовых объектов алмазными преломляющими линзами с целью определения возможного разрешения. В силу очевидных

причин, исследовались только двумерные преломляющие полу-линзы, изготовленные пикосекундным лазером из монокристаллического алмаза. Оценочные тесты производились на лабораторном источнике излучения с вращающимся анодом Rigaku MultiMax-9, описанном в главе 1, а контрольные тесты с высоким разрешением – на источнике синхротронного излучения (ID06, ESRF).

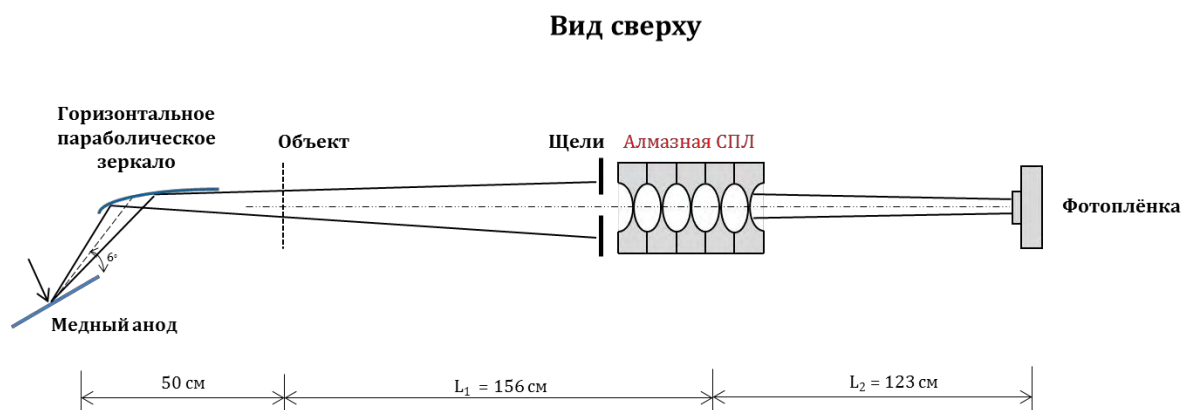


Рис. 2.35. Схема (а) и фото (б) эксперимента по передаче изображения на лабораторном источнике.

Схема эксперимента на лабораторном источнике с вращающимся анодом представлена на рис. 2.35. Излучение, мощностью 9 кВт, генерировалось медным анодом (энергия характеристической линии меди $K_{\alpha} = 8.02$ кэВ), формируя рентгеновский источник с размерами 0.3×3 мм² в горизонтальном и вертикальном направлениях, соответственно. Далее, излучение падало на коллимационное многослойное рентгеновское зеркало, уменьшающее горизонтальную

расходимость рентгеновских лучей до значения 0.055° . Зеркало, также, производило энергетическую фильтрацию излучения, выделяя характеристическую K_α линию с относительным спектральным разрешением $\frac{\Delta E}{E} = 10^{-3}$. На расстоянии 50 см от анода был установлен тестовый объект – вольфрамовая пластина, толщиной 50 мкм, с треугольным отверстием. Размер основания треугольника был измерен в оптическом микроскопе (рис. 2.36, а) и оказался равен 326 мкм. СПЛ₂₄ (N = 24 одиночных полу-линз с радиусом R = 200 мкм) была установлена на шестикружный гониометр на расстоянии $L_1 = 1.56$ м от тестового объекта. Были использованы щели для фильтрации излучения, падающего на линзу вне её эффективной апертуры, равной 170 мкм. Все настроечные процедуры производились с использованием двумерного детектора PIXel^{3D} (размер пикселя – 55 мкм), а итоговое изображение снималось на высокоразрешающую эмульсионную рентгеновскую фотоплёнку (FUJI IX50, разрешение 2 мкм). На расстоянии $L_2 = 1.23$ м было экспериментально получено уменьшенное и перевёрнутое изображение треугольника, изображенное на рис. 2.36 (б). Размер основания треугольника на полученном изображении соответствовал размеру основания исходного треугольника, уменьшенному в $D = \frac{L_1}{L_2} = 1.27$ раз.

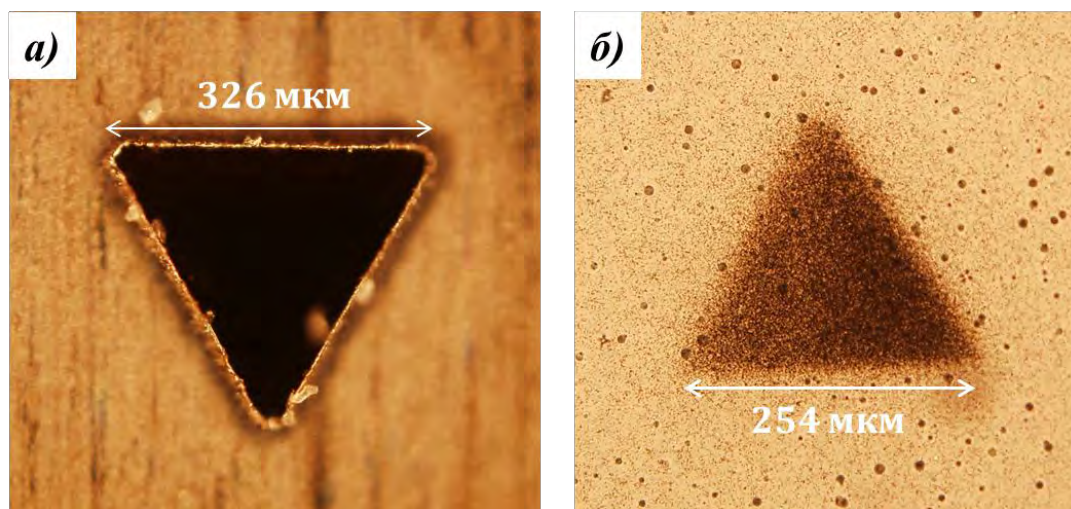


Рис. 2.36. Оптическое изображение (а) исходного объекта – треугольного отверстия в вольфрамовой пластине. Переданное линзой рентгеновское изображение объекта (б), зарегистрированное с помощью высокоразрешающей эмульсионной фотоплёнки.

Конечно, такой тест по передаче изображения очень крупного объекта не позволил определить максимальное разрешение двумерных линз. Поэтому, дальнейшее тестирование линз было произведено на станции ID06 ESRF. Схема эксперимента показана на рис 2.37. Монохроматор был настроен на фильтрацию излучения с энергией 10.02 кэВ, а тестовый объект был установлен на расстоянии 56.7 м от источника излучения. В качестве тестового объекта выступила звезда Сименса (рис. 2.38, а-б), состоящая из отверстий в кремниевой пластине,

которые сбегаются от периферии к центру. Для создания засветки на тестовом объекте был использован конденсор [130], которым выступил трансфокатор, расположенный в оптической кабине станции ID06. На данной энергии в трансфокаторе были использованы две двумерные одиночные бериллиевые линзы с радиусом $R = 200$ мкм, фокусирующие излучение от источника на расстояние 19 м после трансфокатора (на расстояние 1 м позади тестового объекта). Затем, на расстоянии $L_1 = 1.36$ м от объекта на гониометр была установлена СПЛ₃₁ ($N = 31$ алмазных полулинз внутри). Для регистрации изображения использовался высокоразрешающий CCD-детектор «Frelon» (размер пикселя – 2.5 мкм), установленный на расстоянии $L_2 = 3.26$ м от СПЛ₃₁.

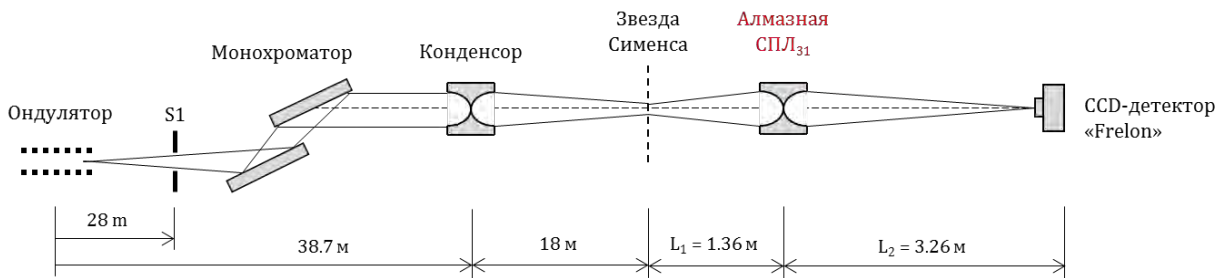


Рис. 2.37. Схема эксперимента по рентгеновской микроскопии алмазной составной преломляющей линзой.

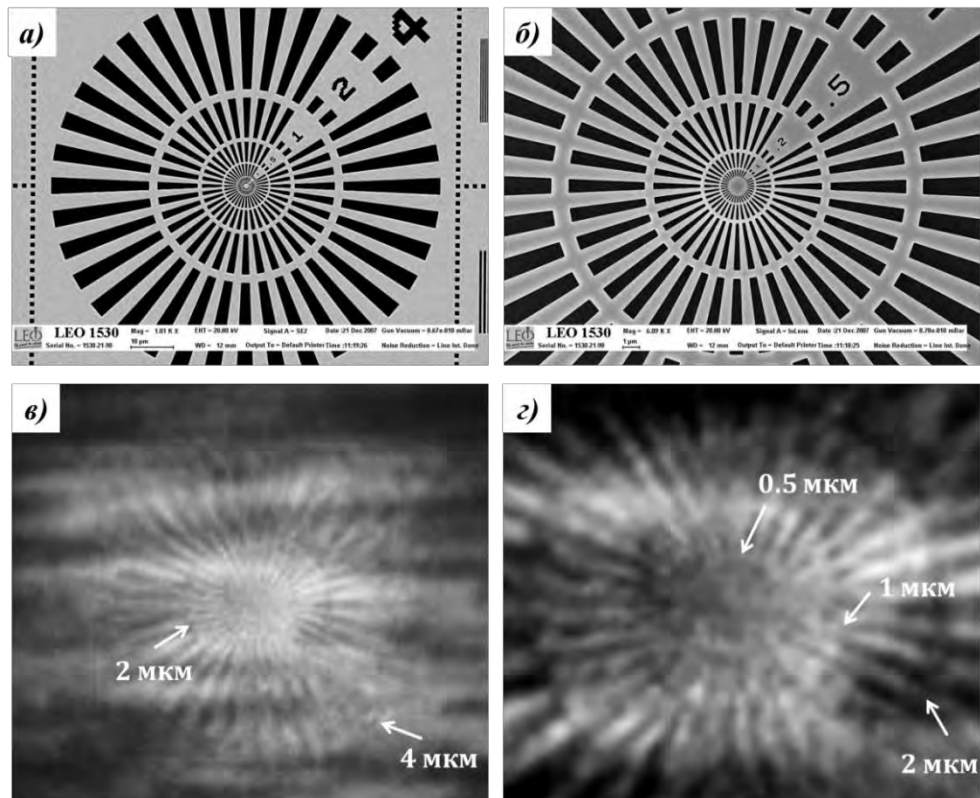


Рис. 2.38. (а, б) – СЭМ-изображения звезды Сименса. Цифры (4, 2, 1 и т.д.) соответствуют толщине темных отверстий в микронах. (в, г) – рентгеновские изображения, сформированные СПЛ. Последняя различимая полоса имеет толщину 0.5 мкм.

На рис. 2.38 (в) представлено рентгеновское изображение объекта, увеличенного линзой в $M = 2.4$ раза. Рис. 2.38 (г) показывает изображение (в) с увеличением. Линза уверенно смогла разрешить полосы, толщиной 2 мкм. В некоторых местах удалось разрешить и полосы, толщиной 0.5 – 1 мкм. Тем не менее, невооруженным взглядом видно плохое качество всего изображения, характеризующееся наплывами, полосами и пятнами, которые, по всей видимости, были сформированы отклонениями профиля линзы от идеального, шероховатостями поверхности и нарушениями структуры в приповерхностном слое, обработанном лазером. Поэтому, для анализа структурного совершенства линзы, был проделан эксперимент по высокоразрешающей рентгеновской топографии одномерных алмазных полу-линз, так как двумерные и одномерные полу-линзы были изготовлены в рамках относительно похожего производственного процесса. Результаты эксперимента по топографии будут представлены в следующем параграфе.

2.2.6. Высокорастворяющая рентгеновская топография алмазных линз

Проблема деградации структуры алмаза в приповерхностном слое при лазерной обработке подробно рассмотрена в работах [95-97, 131, 132] и уже частично обсуждалась в параграфе 2.1, посвященном процессу лазерной абляции. Когда лазерный луч ударяет в поверхность алмаза, его первые импульсы вызывают процесс графитизации из-за смеси термического и фотохимического эффектов [132]. Следующие далее высокоэнергетические импульсы сублимируют и окисляют сформированный ранее графитный слой. Два этих процесса – возникновение и удаление графитного слоя – протекают при существенно отличающихся температурах, что вызывает накопление графитных отложений по краям облучаемых областей, где лазерный луч имеет более низкую энергию. Процесс послойного лазерного удаления материала протекает в несколько итераций – в то время, как верхний слой графитизованного материала частично удален, нижележащий слой активируется для формирования нового графитного слоя. Более того, лазерное облучение не только превращает алмаз в графит, но, также, способствует образованию термически и химически стабильного приповерхностного аморфного слоя, толщина которого может варьироваться от сотен нанометров до нескольких микрон [95, 96]. Дополнительно, испарение материала в процессе абляции вызывает прорастание микро- и макро-дефектов в кристаллическую структуру приповерхностной области.

Для оценки эффектов подобного рода были произведены эксперименты по рентгеновской топографии [133]. Рентгеновская топография является широко известным методом получения изображения дефектов в кристаллах и основана на дифракции рентгеновских лучей. Во всех классических методах рентгеновской топографии (в белом пучке, плосковолновая, секционная, проекционная, Берга-Баретта, метод Ланга и т.д.), пучок рентгеновских лучей направляют на

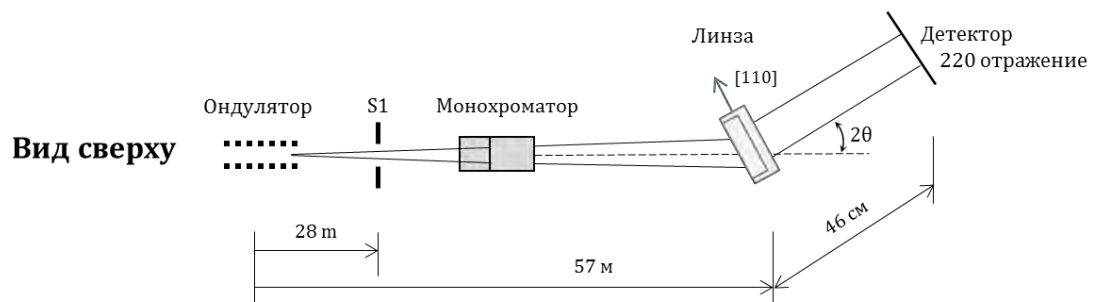
образец так, чтобы выполнялся закон Брэгга-Вульфа. Образец может располагаться в геометрии Брэгга, когда граничные условия на вход и выход излучения из кристалла равны. Либо в геометрии Лауэ, когда плоскости входа и выхода излучения из кристалла отличаются. При этом, двумерная карта распределения интенсивности в дифрагированном изображении регистрируется детектором и называется топограммой.

Любое локальное нарушение кристаллической структуры образца влияет на интенсивность рассеянного этой областью излучения и отображается в качестве изменения контраста интенсивности на топограмме. Отсюда, топограммы позволяют судить о наличии дислокаций, включений, дефектов, неоднородностей, деформационных напряжений в объеме материала. Топограммы чувствительны к сколам и повреждениям поверхности, а также к различию в фазовом составе образца – разница углов Брэгга для алмаза и графита приведет к формированию топографического контраста.

В данной работе эксперименты по рентгеновской топографии проводились, в первую очередь, на лабораторном источнике рентгеновского излучения “Metal Jet”. Однако, они не будут описаны, так как, в силу низкого разрешения детектора и геометрии эксперимента, не удалось получить топографических изображений с разрешением, достаточным для анализа дефектов поверхности линзы. Разрешение классического топографического эксперимента определяется, как $Res = \frac{S}{L}d$, где S – это размер источника, L – расстояние от источника до образца, а d – расстояние от образца до детектора (или фотопленки). Поэтому, чтобы уменьшить размытие изображения, стараются минимизировать размер источника и расстояние от образца до детектора. Тем не менее, если эксперимент проводится на источнике синхротронного излучения третьего поколения (ESRF), то когерентные свойства генерируемого излучения становятся определяющими при формировании топографического контраста. При размере источника излучения $\Delta = 40$ мкм, расстоянии до образца $L = 57$ м и длине волны падающего излучения $\lambda = 0.7 \text{ \AA}$, длина пространственной когерентности $K = \frac{\lambda}{\Delta}S = 100$ мкм, что гораздо больше характерных размеров изучаемых дефектов в алмазе (~ 1 мкм). Такая когерентная засветка позволяет регистрировать топографические изображения за счет фазового контраста и на значительном удалении от образца [134]. Более того, она позволяет получать дополнительную информацию о неоднородностях внутренней структуры и морфологии поверхности – изображения с фазовым контрастом могут легко обнаружить даже слабые деформационные поля вблизи поверхности, так как профилирование поверхности кристалла вызывает модуляцию фазы дифрагированного излучения. Поэтому, на станции ID06 была реализована схема рентгеновской дифракционной плосковолновой топографии с когерентной засветкой [135] для анализа одномерных полу-линз. Схема эксперимента представлена на рис. 2.39. В такой схеме

монохроматическое излучение с малой расходимостью освещает линзу, находящуюся в дифракционных условиях в геометрии Лауэ на значительном удалении от источника излучения. Контроль и варьирование контраста от разных областей линзы достигается качанием образца около точной Брэгговской позиции. Измерения производились для двух случаев: в геометрии (а) одиночная полу-линза была установлена в отражение (220) (по Лауэ) так, что рентгеновское излучение падало на её профилированную поверхность; в геометрии (б) полу-линза находилась в отражении (220) (по Лауэ) и рентгеновское излучение падало на её тыльную сторону. Для энергии падающего излучения 17.5 кэВ, угол Брэгга отражения (220) составил $\theta_B = 16.351^\circ$. Высокоразрешающая CCD-камера (PCO, размер пикселя 0.73 мкм) была установлена для регистрации дифрагированного излучения на малом расстоянии после линзы под углом $2\theta_B$ к первоначальному направлению падения излучения.

(а) Излучение падает на профилированную поверхность полу-линзы



(б) Излучение падает на тыльную сторону полу-линзы

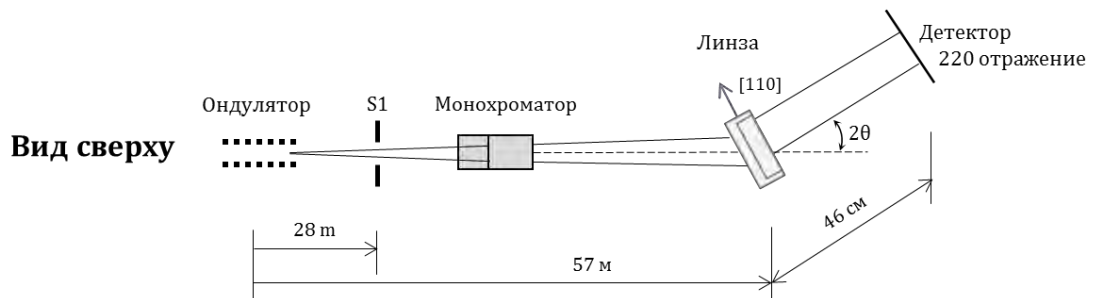


Рис. 2.39. Схема эксперимента по топографии одномерных алмазных полу-линз на источнике синхротронного излучения.

Чувствительность метода зависит от расстояния от образца до детектора. Применительно к задаче об изучении морфологии поверхности алмазной линзы, можно отметить, что минимально топографически разрешимые глубина h и ширина a поверхностных трещин (сколов, шероховатостей и т.д.) определяются формулой [135]:

$$h \times a = \frac{1}{2\sqrt{2}} \frac{\lambda \sin \theta_B}{2\pi |\chi_0|} \sqrt{d\lambda} \times 0.05 \quad (2.1)$$

где θ_B и χ_0 – это угол Брэгга и нулевая Фурье-компонента поляризуемости кристалла, соответственно, а d – расстояние от образца до детектора. Для длины волны падающего излучения $\lambda = 0.7 \text{ \AA}$, угла Брэгга $\theta_B = 16.351^\circ$, $d = 46 \text{ см}$ и $\chi_0 = -0.48 * 10^{-5}$. Отсюда, $h \times a = 80 \times 80 \text{ нм}^2$. В действительности, в кристалле формируются слабые деформационные поля вблизи дефектов подобного типа, распространяющиеся на существенно большие расстояния, чем размеры поверхностной трещины, что усиливает получаемый контраст. Так же, стоит отметить, что в реальной экспериментальной схеме основное ограничение накладывает разрешение детектора, поэтому в эксперименте по топографии алмазных полу-линз разрешение было равно размеру пикселя детектора 0.73 мкм .

Наиболее удачные топографические изображения, полученные в процессе качания алмазной полу-линзы, представлены на рис. 2.40. Яркий контраст на изображениях говорит о большой степени поражения поверхности абляцией лазером с пикосекундной длительностью импульса. Невооруженным взглядом видны структурное несовершенство, неоднородность, трещины, шероховатости и прорастающие дислокации на поверхности рабочей части линзы, обработанной лазером. На рис. 2. 40 (а), *сверху*, и (г), *справа*, видны поля напряжений в структуре и дислокации, распространяющиеся от обработанной лазером области к краю пластины. Размер пораженной области, по самым скромным прикидкам, превосходит $1\text{-}2 \text{ мкм}$. Ввиду того, что двумерные полу-линзы были изготовлены идентичным образом с одномерными, можно смело предполагать похожее повреждение поверхности и структуры и утверждать, что данные факторы ограничивают использование линз для приложений микроскопии, что и было продемонстрировано в прошлом параграфе. Отсюда, вырастает острая необходимость пост-обработки, о возможностях которой будет упомянуто в следующей главе.

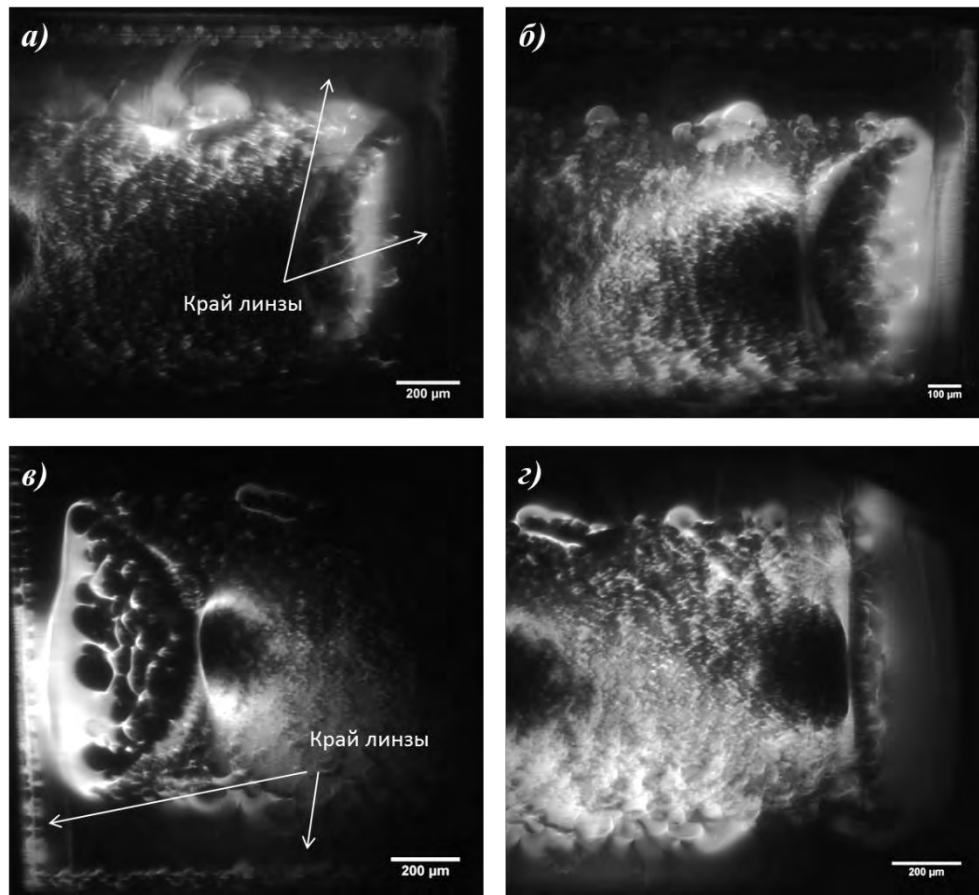


Рис. 2.40. Рентгеновские топограммы одномерной алмазной полу-линзы. Изображения (а) и (б) соответствуют случаю падения излучения на профилированную сторону линзы (рис. 2.39, а). (в) и (г) соответствуют случаю падения излучения на тыльную сторону линзы (рис. 2.39, б).

2.3. Заключение по главе 2

В данной главе был описан процесс лазерной абляции и впервые продемонстрировано его успешное применение к изготовлению преломляющих рентгеновских линз из моно- и поликристаллического алмаза. Планарные, одиночные и двумерные линзы были изготовлены и изучены методами: оптической, сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии; лазерной интерферометрии и лазерной сканирующей конфокальной микроскопии; рентгеновской решеточной интерферометрии; Рамановской спектроскопии; рентгеновской радиографии, томографии и топографии. Линзы были успешно протестированы как в режиме передачи изображения, так и в режиме фокусировки на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения.

В ходе тестов было установлено следующее:

- 1) Оптическая и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) хорошо подходит для первичного анализа изготавливаемых линз, давая визуализацию микро-размерных дефектов и погрешностей изготовления. СЭМ позволяет оценить порядок величины шероховатостей

рабочей поверхности линз и сделать предположения о работоспособности линз в режиме фокусировки и передачи рентгеновского излучения.

2) Исследование линз в режиме радиографии, также, является мощным методом качественного описания линз и позволяет визуализировать рассеивающие центры и неровности на поверхности и внутри образца путем исследования его в рентгеновских лучах на просвет. Для количественного анализа образцов в режиме радиографии необходимо обладать первичным представлением о его структуре таким, как, например, размер и форма зерен внутри поликристалла. В экспериментах по радиографии алмазных линз было продемонстрировано, что поликристаллический материал уступает монокристаллическому и не подходит для производства линз из-за присутствия рассеивающих центров, которые ограничивают разрешение линзы в режиме микроскопии и уменьшают коэффициент усиления линзы.

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

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

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

6) Рентгеновская решеточная интерферометрия обладает высокой точностью описания профиля линз, однако не может являться базовым методом характеристики профилей линз ввиду необходимости постоянного доступа к когерентному источнику рентгеновского излучения. Вторым недостатком метода является ограничение получаемого разрешения размером периода фазовой решетки (в данной работе - 10 мкм), что не позволяет описывать шероховатость поверхности и лишает его преимуществ перед рентгеновской томографией.

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

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

Далее приведено краткое описание полученных характеристик изготовленных линз и результатов их тестирования всеми вышеперечисленными методами контроля. Используются следующие обозначения: A – физическая апертура, L – длина линзы или толщина алмазной пластины, $R_{теор}$ и R – проектируемый и реальный радиус параболического (сферического) профиля, d – толщина перешейка между вершинами парабол (либо вершиной параболы и дном алмазной пластины) одиночной линзы, N – число одиночных линз в СПЛ, α – угол отклонения боковых стенок линзы от вертикали, τ – шероховатость рабочей поверхности линзы.

а) Планарные одномерные линзы с параболическим профилем поверхности, изготовленные из монокристаллического (IIa) алмаза компанией «Micro-Usinage Laser» Nd:YAG лазером с пикосекундной длительностью импульса, состоят из двух СПЛ: $N = 2$, $R_{теор} = 200$ мкм (СПЛ₂) и $N = 5$, $R_{теор} = 500$ мкм (СПЛ₅). Для обеих СПЛ: $A = 1$ мм, $L = 300$ мкм, $d = 75$ мкм.

Конструктивной особенностью является нахождение заранее заданного числа одиночных линз в единой СПЛ в рамках алмазной пластины, что может быть удобно при долговременном экспериментальном использовании, например, для обработки высокомоощного излучения во “front-end” синхротронных секциях с ограниченным доступом. Однородное распределение интенсивности изображения рентгеновского излучения, сфокусированного СПЛ₂, продемонстрировало высокое качество боковых стенок линз и профиля, позволяя производить фокусировку с расчетными параметрами, в соответствии с формулой тонкой линзы.

Шероховатость поверхности, определенная из эксперимента по фокусировке, составила $\tau = 1.25 \pm 0.25$ мкм.

б) Планарные одномерные линзы с параболическим профилем поверхности, изготовленные из поликристаллического (CVD) алмаза в ИОФАН лазером с фемтосекундной длительностью импульса состоят из трех СПЛ: $N = 3$, $R_{\text{теор}} = 50$ мкм, $A = 0.7$ мм, $d = 1$ мкм (СПЛ₃); $N = 6$, $R_{\text{теор}} = 200$ мкм, $A = 1$ мм, $d = 75$ мкм (СПЛ₆); $N = 14$, $R_{\text{теор}} = 500$ мкм, $A = 1$ мм, $d = 75$ мкм (СПЛ₁₄). Для всех СПЛ, $L = 500$ мкм. Шероховатость поверхности была измерена на АСМ и составила $\tau = 0.3$ мкм. При фокусировке рентгеновского излучения, получаемое изображение было сильно неоднородно из-за большой неvertиальности боковых стенок линзы с углом $\alpha = 1,7^\circ \pm 0,1^\circ$. Было показано, что неvertиальность боковых стенок решающим образом определяет эффективность использования преломляющей линзы в качестве рентгенооптического устройства – неоднородность получаемого изображения в фокусе серьезно ограничивает её использование на синхротронных источниках рентгеновского излучения в качестве пре-фокусирующей и пре-коллимирующей оптики. Дополнительно, контраст на зернах и включениях поликристаллического материала дал паразитное рассеяние и снизил коэффициент усиления, экспериментально определенный в эксперименте по фокусировке.

в) Одиночные одномерные линзы со сферическим профилем поверхности, изготовленные из монокристаллического (IIa) алмаза Nd:YAG лазером с пикосекундной длительностью импульса компанией «Almax easylab» имеют следующие характеристики: $R_{\text{теор}} = 500$ мкм, $A = 2R_{\text{теор}} = 1$ мм, $L = 1.2$ мм, $d = 100$ мкм. В отличие от планарных, данные линзы являются одиночными, что может быть удобно при их экспериментальном использовании в условиях, где необходима возможность быстрой настройки различного требуемого числа линз в экспериментальной схеме. Линзы успешно сфокусировали “белое” рентгеновское излучение в соответствии с формулой тонкой линзы. Определенная шероховатость поверхности составила $\tau = 1.2 \pm 0.1$ мкм. В ходе эксперимента по фокусировке, линзы выдержали дозу излучения 1 ТДж/кг без деградации материала и фокусирующих свойств.

г) Одиночные одномерные полу-линзы с параболическим профилем поверхности, изготовленные из монокристаллического (IIa) алмаза Nd:YAG лазером с пикосекундной длительностью импульса в ТИСНУМ имеют следующие характеристики: $R_{\text{теор}} = 200$ мкм, $A = 870$ мкм, $L = 1.5$ мм, $d = 30 \pm 10$ мкм. В сравнении с описанными в предыдущих пунктах линзами, особая модифицированная геометрия падения лазерного луча при производстве полу-линз снимает ограничение с размеров L , связанное с вертикальностью боковых стенок, что позволяет

изготавливать полу-линзы, длиной порядка нескольких миллиметров. При этом, получаемая фокальная линия при фокусировке рентгеновских лучей является заведомо однородной по длине линзы. Шероховатость рабочей поверхности линз была изучена методами АСМ и фокусировки рентгеновского излучения и составила $\tau = 0.7 \pm 0.1$ мкм.

Исследование линзового профиля одиночных полу-линз методами рентгеновской томографии, решеточной рентгеновской интерферометрии и оптической профилометрии, продемонстрировало стабильность радиуса по всей длине параболической траектории. Однако, среднее значение радиуса может варьироваться в пределах погрешности 6% относительно задаваемого значения $R = 200$ мкм. Так, были получены $R = 189 \pm 3$ мкм (рентгеновская томография), $R = 210 \pm 1$ мкм (рентгеновская решеточная интерферометрия), $R = 212 \pm 1$ мкм (оптическая профилометрия) и $R = 204 \pm 1$ мкм (фокусировка рентгеновского излучения). Также, эксперименты по оптической профилометрии, рентгеновской решеточной интерферометрии и радиографии показали наличие периодического отклонения реального профиля линзы от идеального с характерными периодами 8-50 мкм. Данное отклонение привело к сферическим aberrациям и не позволило достичь расчетного размера сфокусированного изображения в эксперименте по фокусировке.

д) Одиночные двумерные полу-линзы с параболическим профилем поверхности, изготовленные из монокристаллического (IIa) алмаза Nd:YAG лазером с пикосекундной длительностью импульса в ТИСНУМ имеют следующие характеристики: $R_{\text{теор}} = 200$ мкм, $A = 980$ мкм, $d = 30 \pm 10$ мкм. Переход к двумерному профилю поверхности позволяет использовать алмазные линзы одновременно в качестве фокусирующих и изображающих устройств, расширяя возможности их экспериментальных приложений. Шероховатость поверхности была измерена методами АСМ, лазерной конфокальной микроскопии и в эксперименте по фокусировке рентгеновского излучения и составила $\tau = 1.1 \pm 0.1$ мкм.

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

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

На всех линзах, изготовленных лазерами с пикосекундной длительностью импульса был отмечен волнистый профиль поверхности. Напротив, обработка поверхности фемтосекундным лазером позволила достичь гладкой поверхности без волнистого профиля и очень малой шероховатости. При изготовлении линз (особенно, с двумерным профилем поверхности) могут возникать периодические отклонения реального профиля от идеального, влияющие на эффективность работы линзы в качестве рентгенооптического устройства. Теоретическое моделирование подобного влияния будет приведено в следующей главе. Полученные результаты говорят о большой необходимости дополнительной постобработки линз для минимизации погрешностей профиля и шероховатостей поверхности. Примеры такой пост-обработки, также, будут продемонстрированы в следующей главе.

Глава 3. Проблемы поверхности и материала линз и способы их решения

В прошлой главе было продемонстрировано успешное применение технологии лазерной абляции к производству алмазных преломляющих рентгеновских линз с большой апертурой. Однако, у большинства изготовленных линз, так или иначе, наблюдались отклонения параболических профилей от идеальных. Они могут быть условно разделены на два вида – шероховатости и ошибки формы. Ошибки формы являются низкочастотными периодическими отклонениями и вносят aberrации в формируемое линзой изображение. Шероховатости же, наоборот, представляют собой высокочастотные случайные отклонения профиля. Их огибающая является заданной параболой, а сама такая линза не имеет aberrаций. Тем не менее, наличие шероховатостей приводит к рассеянию рентгеновского излучения и уменьшению числа полезных фотонов в плоскости изображений линзы.

В данной главе будет проведено теоретическое моделирование влияния ошибок формы на оптическую производительность линзы. Будут рассмотрены возможности улучшения качества профиля линз существующими методами пост-обработки.

В заключение, будут рассмотрены дифракционные эффекты, возникающие при передаче излучения линзами из монокристаллического материала.

3.1. Теоретическое моделирование влияния ошибок профиля на эффективность линзы

3.1.1. Постоянное отклонение профиля от идеального параболического

В первую очередь, стоит рассмотреть профиль одномерной линзы, который плавно отклоняется от идеального параболического при движении от периферии линзы к её центру (рис. 3.1, а). Такое отклонение имело место при изготовлении двумерных алмазных полу-линз методом лазерной абляции. Оно возникало из-за того, что при движении лазерного луча вдоль заданной параболической траектории от края линзы к её вершине, изменялось фокусное расстояние лазера и площадь засветки поверхности. Очевидно, что такое отклонение будет приводить к наличию сильных сферических aberrаций (рис. 3.1, б) и дисторсий в классической классификации Зейделя aberrаций оптических систем [120]. Это связано с тем, что разные участки этой кривой будут по-разному преломлять падающие лучи и иметь различные фокусные расстояния, а, следовательно, и увеличения.

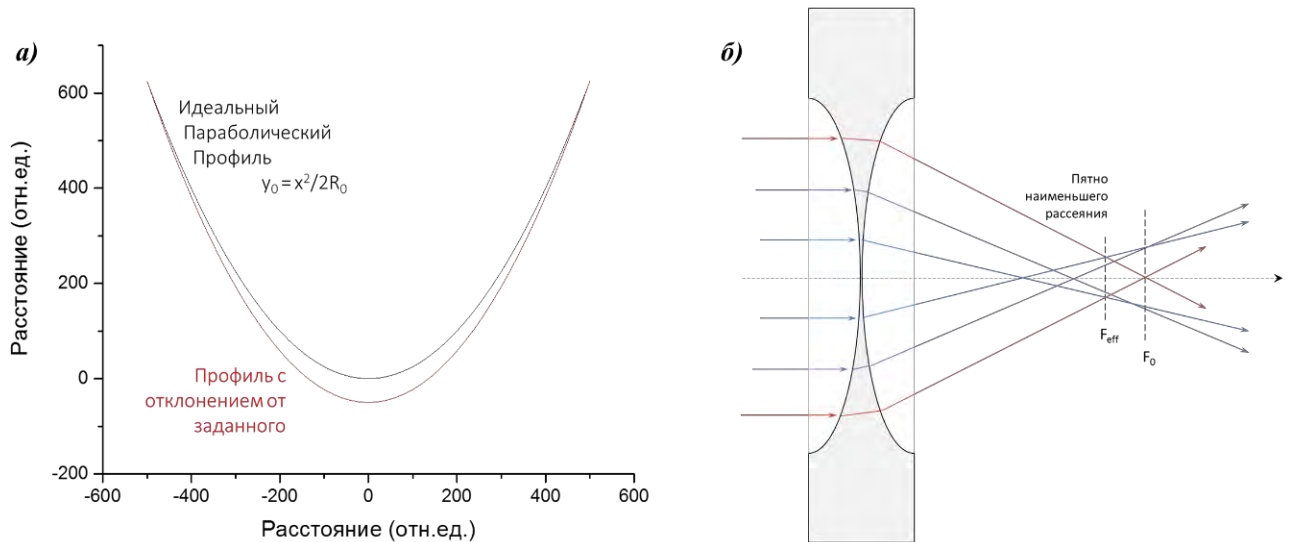


Рис. 3.1. Плавное отклонение профиля поверхности линзы от идеального параболического (а) и внесение таким профилем aberrаций в формирование изображения (б).

Для описания влияния такого отклонения на формирование изображения линзой будем считать, что каждый малый участок профиля линзы является сегментом параболической кривой, задаваемой уравнением $y = x^2/2R$. Тогда, идеальная параболическая кривая с параметром (радиусом) R_0 в каждой своей точке описывается уравнением $y_0 = x^2/2R_0$. Для кривой с отклонением профиля от параболического это верно лишь для узкого интервала точек вблизи краёв параболы, где $y_0 = x^2/2R_0$. Далее, по мере движения к центру линзы, профиль всё более удаляется от идеального (сохраняя локальную параболичность в каждом малом сегменте, согласно условию), а в самом центре описывается уравнением $y_1 = x^2/2R_1$. Как было показано в главе 2, в реальной двумерной алмазной полу-линзе $R_1 < R_0 = 200$ мкм, что связано с равномерным уходом лазера от заданной траектории при его продвижении вглубь материала в процессе изготовления линзы.

В идеальных условиях изображение бесконечно удаленного точечного источника света будет сформировано идеальной линзой на фокусном расстоянии F_0 с малым размером, равным дифракционному пределу (параграф 1.4.3). Введение сферических aberrаций в линзу (рис. 3.1, б), увеличит размер изображения, получаемого в фокальной плоскости F_0 . Причём, величина этого увеличения носит названия латеральной сферической aberrации (сокр., ЛСА). Важно отметить, что, при установке камеры в плоскость, расположенную на некотором расстоянии $F_{eff} < F_0$, можно добиться минимизации влияния ЛСА. Такая плоскость называется пятном наименьшего рассеяния.

Напомню, что в главе 2 тестировались двумерные полу-линзы в режиме фокусировки рентгеновского излучения. Данные линзы обладали вышеописанными погрешностями -

наблюдалось поступательное отклонение радиуса параболического профиля от значения R_0 до $R_1 < R_0$ при движении лазера от периферии линзы к её центру. Это отклонение приводило к отличиям экспериментальных и расчетных расстояний L_2 от линзы до наиболее резкого изображения. В данном случае, эти экспериментальные расстояния и являлись расстояниями до пятна наименьшего рассеяния. Тогда, из геометрических соображений, для случая длиннофокусных тонких линз ($A_{eff} \ll F_0$) легко вывести формулу:

$$L_2^1 = \frac{L_2^3 L_2^0}{2L_2^0 - L_2^3} \quad (3.1)$$

связывающую расстояние от линзы до пятна наименьшего рассеяния, L_2^3 ; расстояние L_2^0 , на котором строит изображение параболический сегмент с радиусом R_0 ; расстояние L_2^1 , на котором строит изображение параболический сегмент с радиусом R_1 . В нашем случае, $L_2^1 < L_2^3 < L_2^0$. Подставим в данную формулу результаты реального эксперимента по фокусировке двумерными линзами на ESRF (стр. 96), где $L_2^3 = 1.32$ м. Доверимся результатам оптической профилометрии (стр. 76) и предположим, что $R_0 = 212$ мкм. Тогда, на энергии 12.07 кэВ, для СПЛ₃₁, состоящей из 31 полу-линзы, получим $L_2^0 = 1.41$ м. Отсюда, по формуле 3.1, $L_2^1 = 1.24$ м, что соответствует радиусу $R_1 = 188$ мкм. Этот результат согласуется с результатом, полученным в методе оптической профилометрии (183 мкм). Стоит отметить, что в данном параграфе рассматривается СПЛ₃₁ из 31 одиночных полу-линз. Поэтому, полученный результат является усредненным значением для всех линз внутри СПЛ₃₁.

Далее, оценим количественно то, насколько сферическая aberrация уширяет получаемое изображение. Для простоты, будет рассмотрен параксиальный случай, так как он является хорошим приближением при проведении экспериментов на источниках синхротронного излучения. Пусть линза передаёт лучи, исходящие от объекта, размером P , расположенного на расстоянии L_1 . Тогда, идеальная параболическая составная линза с N двояковогнутых элементов, радиусом R_0 обладает фокусным расстоянием

$$F_0 = \frac{R_0}{2N\delta} \quad (3.2)$$

где δ – декремент показателя преломления. Такая линза сформирует изображение размером P'_0 на расстоянии L_{20} согласно формуле тонкой линзы:

$$\frac{1}{F_0} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_{20}} \quad (3.3)$$

Отсюда,

$$L_{20} = \frac{F_0 L_1}{L_1 - F_0} = \frac{R_0 L_1}{2N\delta L_1 - R_0} \quad (3.4)$$

Из геометрических соображений:

$$P'_0 = P \frac{L_{20}}{L_1} = P \frac{R_0 L_1}{2N\delta L_1 - R_0} \quad (3.5)$$

Аналогично, линза с радиусом $R_1 < R_0$ будет иметь фокусное расстояние F_1 и создавать изображение размером P'_1 на расстоянии $L_{21} < L_{20}$:

$$F_1 = \frac{R_1}{2N\delta}, \quad P'_1 = P \frac{L_{21}}{L_1} = P \frac{R_1 L_1}{2N\delta L_1 - R_1} \quad (3.6)$$

Так как в реальной аберированной линзе присутствуют параболические сегменты с радиусами в интервале (R_1, R_0) , то изображение P'_0 , формируемое сегментом с радиусом R_0 на расстоянии L_{20} , будет уширено за счет проекции изображения P'_1 , формируемого сегментом с радиусом R_1 (рис. 3.2). Это уширение можно оценить из геометрических соображений:

$$P'_x = P'_1 \frac{L_{20} - F_1}{L_{21} - F_1} = \dots = P \frac{2N\delta L_1(R_0 - R_1) + R_0 R_1}{R_1(2N\delta L_1 - R_0)} \quad (3.7)$$

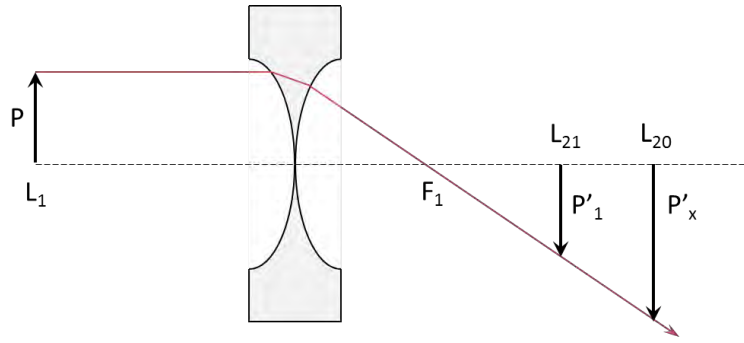


Рис. 3.2. Проекционное увеличение изображения P'_1 , сформированного линзой с радиусом R_1 на расстоянии L_{21} . Расстояние L_{20} соответствует месту формирования изображения линзой с радиусом $R_0 > R_1$.

И, наконец, найдем отношение размера уширенного изображения к размеру изображения, получаемого без аберраций:

$$\frac{P'_x}{P'_1} = 1 + 2N\delta L_1 \frac{|R_0 - R_1|}{R_0 R_1} \quad (3.8)$$

Модуль был добавлен для соответствия случаю $R_1 > R_0$. Как видно, при отсутствии сферических аберраций ($R_0 = R_1$), второй член выражения 3.8 обращается в нуль. Вполне логично, что отношение $\frac{P'_x}{P'_1}$ увеличивается при возрастании числа аберированных линз в общем наборе, N , расстояния L_1 и декремента показателя преломления δ – во всех этих случаях уменьшается расстояние L_2 и лучи собираются в фокус под большими углами, что приводит к повышению чувствительности оптической схемы к отклонениям хода лучей.

В уже упоминавшемся эксперименте по фокусировке рентгеновского излучения двумерными параболическими алмазными полу-линзами (параграф 2.2.4, д) использовалась конфигурация $2N = 31$ и $L_1 = 56.5$ м. На энергии падающих фотонов 12.07 кэВ, δ было равно 5×10^{-6} . Тогда, задавая $R_0 = 212$ мкм и $R_1 = 188$ мкм, получим $\frac{P'_x}{P'_1} = 6$. Это значение полностью соответствует тому, что наблюдалось в эксперименте. Отсюда, экспериментальное измерение размеров фокусного пятна может использоваться для точной оценки величины плавного отклонения профиля в параболической преломляющей линзе.

В таблице 3.1 приведены оценки величины отношения $\frac{P'_x}{P'_1}$ для различных значений R_1 при фиксированном $R_0 = 200$ мкм, $2N = 31$, $L_1 = 56.5$ м и $\delta = 5 \times 10^{-6}$ ($E = 12.07$ кэВ). Видно, что при уменьшении относительного отклонения параболы от идеальной до 0.1 - 0.5%, aberrации более не вносят существенного влияния в формирование микро-размерных изображений алмазными преломляющими линзами. Это справедливо хотя бы потому, что погрешность 0.5 мкм типична для CCD-камеры, которая является одним из базовых методов регистрации рентгеновского излучения. Инструментально, существующая погрешность радиуса алмазных полу-линз может быть значительно уменьшена путем корректировки траектории движения лазерного луча с учетом существующего отклонения.

Таблица 3.1. Количественные примеры воздействия сферических aberrаций алмазных линз на размер изображения. $R_0 = 200$ мкм, $2N = 31$, $L_1 = 56.5$ м и $\delta = 5 \times 10^{-6}$ ($E = 12.07$ кэВ).

R_0 , мкм	R_1 , мкм	$\frac{R_0 - R_1}{R_0} \times 100\%$	$\frac{P'_x}{P'_1}$
200	160	20	12
	180	10	6
	190	5	3
	198	1	1.4
	199	0.5	1.2
	199.8	0.1	1.04

3.1.2. Отклонение, характеризующееся определенными периодом и амплитудой

Данный вид погрешности профиля является характерным при абляции алмаза с помощью пикосекундного лазера. Он обусловлен внесением модуляции поверхности при определенной поляризации падающего лазерного луча (параграф 2.1). Очевидно, что такая модуляция может оказывать влияние на эффективность работы линзы и в данном параграфе будут произведены оценки такого влияния.

Предположим, что величина отклонения по нормали от идеального профиля $d(x)$ для координаты x поперек оптической оси описывается синусоидальной функцией:

$$d(x) = d_0 \sin\left(2\pi \frac{L(x)}{T}\right) \quad (3.9)$$

где d_0 – амплитуда отклонения по нормали от идеального профиля, $L(x)$ – длина дуги параболы для координаты x поперек оптической оси, T – период отклонения. Длина дуги параболы с радиусом кривизны R вычисляется по следующей формуле:

$$L(x) = \frac{R}{2} \left[\frac{x}{R} \sqrt{1 + \frac{x^2}{R^2}} + \ln \left(\frac{x}{R} + \sqrt{1 + \frac{x^2}{R^2}} \right) \right] \quad (3.10)$$

Зададим модулированный параболический профиль с радиусом $R = 204$ мкм и периодом отклонения $T = 8$ мкм (рис.3.3, а). Данные значения выбраны не случайно. Как было показано в экспериментах по фокусировке двенадцатью одномерными алмазными полу-линзами в СПЛ (параграф 2.2.4, з), их средний радиус в наборе был равен 204 мкм. А радиография одиночной полу-линзы (параграф 2.2.3) показала наличие отклонений профиля с периодами 8-24 мкм. Тогда, можно восстановить распределение интенсивности излучения вблизи плоскости изображений линзы, путем компьютерного моделирования прохождения лучей в экспериментальной схеме реального эксперимента по фокусировке (рис. 3.3, б-ж). Видно, что при увеличении амплитуды отклонения, происходит заметное уширение вертикального размера изображения и глубины фокуса. А, начиная с $d_0 = 1$ мкм, происходит расщепление фокальной линии. Согласно результатам моделирования, эффект становится наименее выраженным при $2d_0 < 0.5\% R$. Другими словами, при одинаковых производственных условиях, негативное влияние сильнее проявляется для линз с малым радиусом параболы.

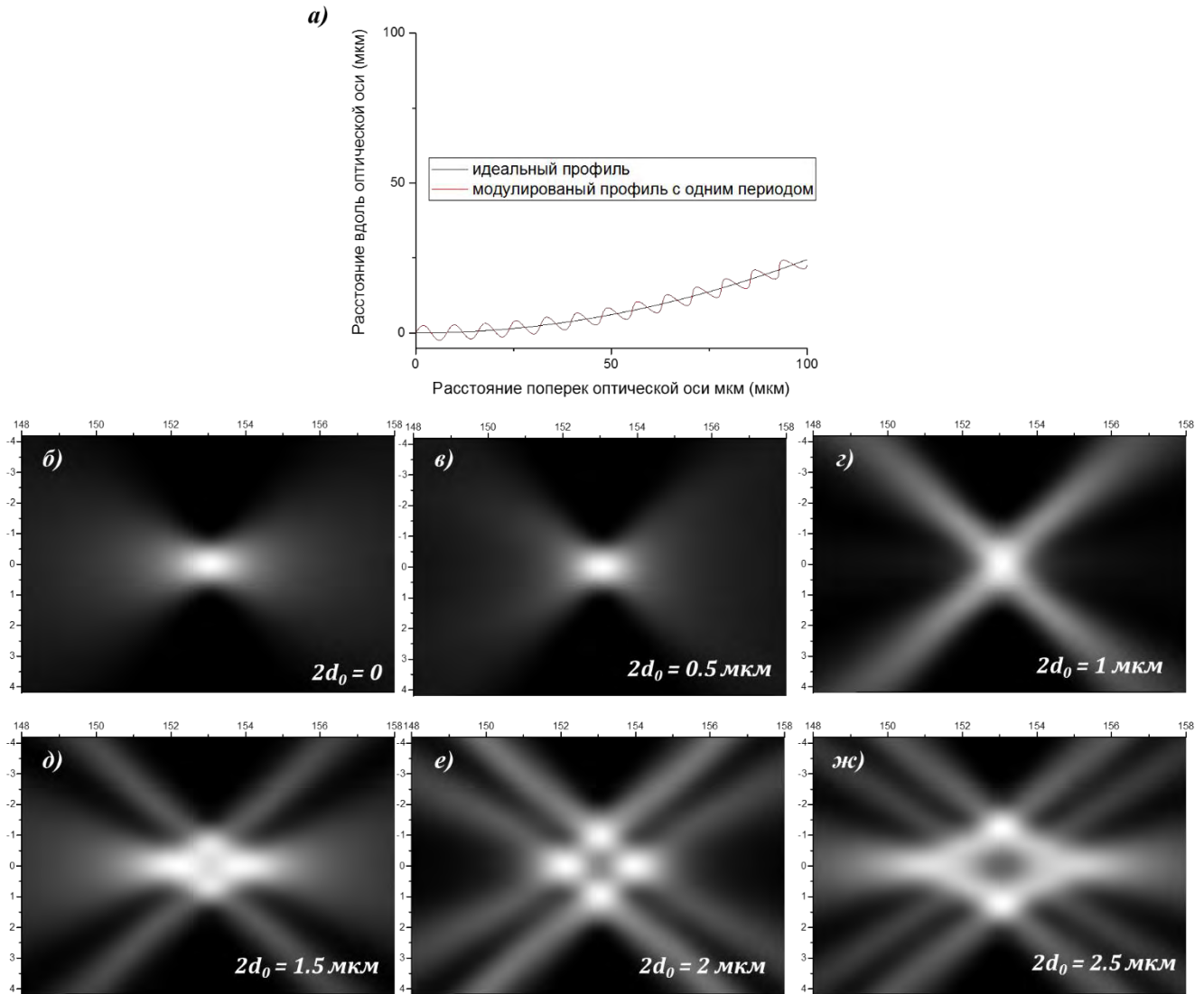


Рис. 3.3. Отклонение от идеального параболического профиля, характеризующееся определенным периодом $T = 8$ мкм и амплитудой $d_0 = 2.5$ мкм (а). Влияние такого отклонения на фокусировку рентгеновских лучей (б-ж) алмазными полу-линзами при изменении значения амплитуды отклонения. Оси абсцисс и ординат - расстояния вдоль оптической оси линзы (см) и поперек оптической оси (мкм), соответственно.

Далее, стоит принять во внимание результаты экспериментов по решеточной рентгеновской интерферометрии и оптической профилометрии одиночной алмазной полу-линзы (параграф 2.2.2). Напомню, данные эксперименты показали наличие целого набора отклонений с разными периодами (8 - 50 мкм) и максимальной амплитудой $d_0 = 2.5$ мкм. Тогда, в качестве простой и наглядной демонстрации, пусть отклонения реального профиля линзы от идеального характеризуются определенной магнитудой $d_0 = \pm 2.5$ мкм и двумя отличающимися периодами $T_1 = 8$ мкм и $T_2 = 50$ мкм (рис.3.4, а):

$$d(x) = d_0 \sin(2\pi \frac{L(x)}{T_1}) \sin(2\pi \frac{L(x)}{T_2}) \quad (3.11)$$

Аналогично, путем компьютерного моделирования прохождения лучей через такую оптическую систему, восстанавливается распределение интенсивности излучения вблизи плоскости изображений линзы (рис. 3.4, б). Для отклонения с амплитудой $d_0 = 2.5$ мкм произошло уширение фокальной линии на 70% по сравнению с идеальным профилем. Однако, в эксперименте по фокусировке наблюдалось уширение фокальной линии на 100% (2.2 мкм вместо ожидаемых 1.1 мкм). Это может быть объяснено, если принять во внимание погрешность детектора, равную размеру пикселя, 0.73 мкм.

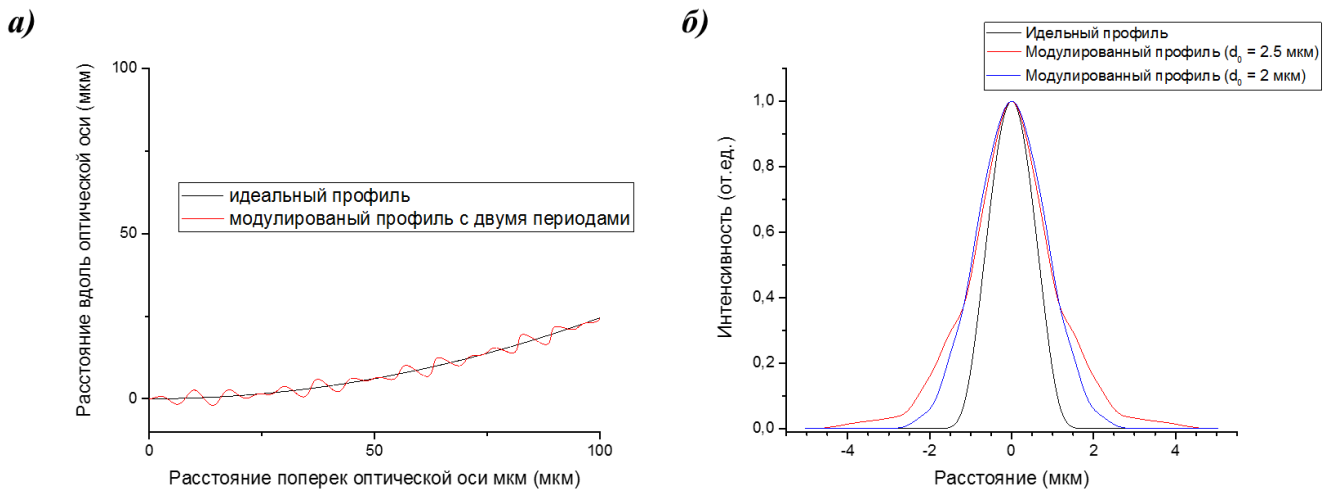


Рис. 3.4. Распределения интенсивности вблизи плоскости изображений линзы, сформированные профилями линз с отклонениями, характеризующимися периодами T_1 и T_2 и амплитудой $d_0 = 2.5$ мкм. Оси абсцисс и ординат - расстояния вдоль оптической оси линзы (см) и поперек оптической оси (мкм), соответственно.

Резюмируя, можно добавить следующее. Данное моделирование является простой иллюстрацией негативного влияния периодического отклонения на фокусирующие свойства линзы. Результаты моделирования показали (рис. 3.5), что при введении второго периода отклонения $T_2 = 50$ мкм дополнительно к отклонению $T_1 = 8$ мкм, влияние отклонения на формирование изображения заметно снижается. Это весьма логично, так как, по сути, отклонение T_2 сглаживает отклонение T_1 (из сравнения рис. 3.3 (а) и 3.4 (а)). Также, определяющим параметром деградации изображения, формируемого линзой, является именно амплитуда периодического отклонения. Она задает величину набега фазы для волны, падающей на тот или иной модулированный участок поверхности линзы. Поэтому для минимизации aberrаций линзы, необходимо добиться уменьшения амплитуды периодического отклонения до значений менее 0.5% от радиуса параболы. Данный критерий совпадает с предложенным в прошлом параграфе

для постоянного отклонения профиля от идеального параболического. Стоит отметить, что погрешности, характеризующиеся определенными периодом и амплитудой могут быть практически устранены при использовании фемтосекундных лазеров.

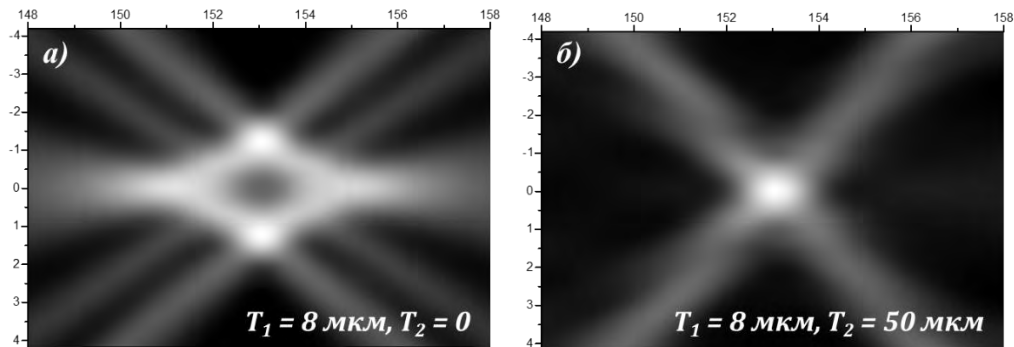


Рис. 3.5. Различие в распределениях интенсивности вблизи плоскости изображений линзы при различных периодах отклонения с амплитудой $d_0 = 1.25$ мкм.

В заключение, стоит отметить разницу между периодическим отклонением и шероховатостями. В отличие от периодического отклонения, шероховатости не вносят вклад в формирование aberrаций, так как их амплитуды статистически случайно распределены по поверхности линзы. Помимо этого, их вертикальный и латеральный размеры обычно составляют ≤ 1 мкм и не приводят к созданию больших участков на поверхности линзы, где падающие рентгеновские лучи будут претерпевать дополнительный набег фазы. Согласно принципам, изложенным в параграфе 1.3.4, шероховатости поверхности будут приводить к паразитному рассеянию в большом угловом диапазоне, снижая коэффициент усиления линзы.

3.2. Пост-обработка поверхностей алмазных линз

Как было показано в прошлом параграфе, уменьшение амплитуды периодического отклонения является необходимой мерой для улучшения рентгенооптических характеристик алмазных линз. Как уже многократно отмечалось в данной работе, это может быть достигнуто при применении абляции лазером с фемтосекундной длительностью импульса. В этом случае, единственной проблемой, требующей решения, остается шероховатость поверхности порядка нескольких сотен нанометров. Причем, пост-обработка вогнутой поверхности алмазной линзы с целью уменьшения шероховатости, не должна нарушать существующей параболической огибающей. Детальный обзор всех существующих технологий полировки алмаза может быть найден в [136]. Среди технологий обработки, подходящих для вогнутой алмазной поверхности, стоит выделить полировку лазером и ионным пучком. Возможности обработки алмазной поверхности лазером уже были продемонстрированы в данной работе. Поэтому, в данном

параграфе будут продемонстрированы эксперименты по полировке поверхности одномерных алмазных полу-линз сфокусированным ионным пучком.

Полировка ионным (плазменным) пучком основывается на принципе бомбардировки алмазной поверхности ускоренными ионами, сопровождающейся абляцией атомов алмаза [137]. Процесс ионной бомбардировки вызывает локальный нагрев и распыление материала. Падающие ионы обладают энергией, достаточной для преодоления поверхностного потенциального барьера. Они проникают сквозь несколько атомных слоёв и, затем, нейтрализуются из-за столкновений с атомами решетки алмаза. При этом, кинетическая энергия иона и его энергия ионизации преобразуется, путем рекомбинации, в нагрев окружающей решетки и один из атомов решетки сублимируется. В качестве альтернативы, падающий ион может просто выбить один из атомов.

В настоящей работе эксперименты проводились на системе “ZEISS Crossbeam 540” [138]. Этот аппарат представляет собой сканирующий электронный микроскоп со встроенным ионным пучком. Он позволяет производить анализ и 3D реконструкцию объектов, а, также, наноструктурирование ионным и электронными лучами. В данной системе ионный пучок может фокусироваться в зонд с размером, порядка нескольких нанометров. Затем, сфокусированный ионный пучок осуществляет растровое сканирование шлифуемого образца – одномерной алмазной полу-линзы. Так, был выполнен процесс сглаживания поверхности линзы, площадью $500 \times 500 \text{ мкм}^2$, при ионном токе $\text{Ga}^+ 100 \text{ нА}$ и дозе 2 К/см^2 (рис. 3.6). Время полировки описанного участка составило 13 часов. Как видно (рис. 3.6, г), удалось существенно сгладить амплитуду шероховатостей поверхности от исходного значения $\sim 0.7 \text{ мкм}$ до значения $\sim 0.1 \text{ мкм}$ (стандартное отклонение). Данное значение было определено при исследовании линзы в атомно-силовом микроскопе. Стоит отметить, что данный результат может быть улучшен при отладке экспериментальной схемы и приповерхностной газовой атмосферы образца [139]. Таким образом, пост-обработка поверхностей алмазных линз сфокусированным ионным пучком способна уменьшить шероховатость до значений порядка нескольких десятков нанометров, однако является времязатратной процедурой.

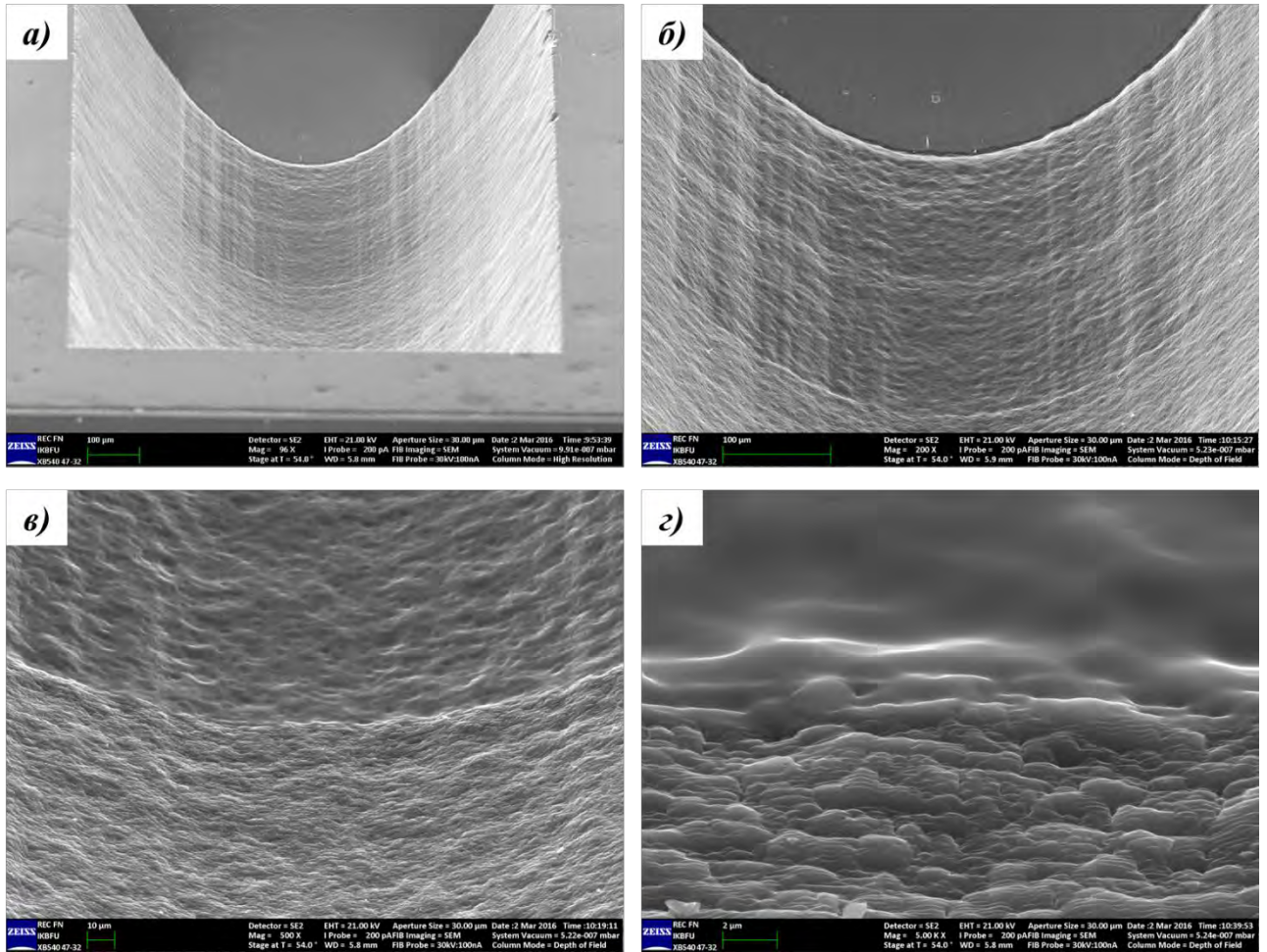


Рис. 3.6. Поверхность линзы, площадью, была модифицирована сфокусированным ионным пучком.

3.3. Дифракционные эффекты при передаче излучения линзой из монокристаллического материала

Практически все преломляющие алмазные линзы, описываемые в данной работе, были изготовлены из монокристаллического материала. Тогда, в зависимости от ориентации кристаллографических плоскостей по отношению к падающему рентгеновскому излучению, может возникнуть ситуация, когда произойдет выполнение закона Брэгга-Вульфа:

$$n\lambda = 2d\sin\theta_B \quad (3.12)$$

где n - целое число, описывающее порядок дифракционного отражения; λ — длина волны падающего излучения; d — межплоскостное расстояние между отражающими (дифрагирующими) плоскостями; θ_B — угол, который составляет падающее излучение с отражающей плоскостью (угол Брэгга). Часть излучения перейдет в дифрагированное и отразится под углом $2\theta_B$ от первоначального направления своего распространения. Это приведет

к падению интенсивности полезного излучения, фокусируемого линзой. Данная проблема называется «X-ray glitch» («Рентгеновские блики») и широко известна в рентгеновской спектроскопии в экспериментах с высоким давлением [140]. Во избежание разночтений, в данной работе не рассматривается употребление термина «X-ray glitch» для обозначения случаев лишь многоволновой дифракции [141-143], когда монокристалл ориентирован в рентгеновском пучке таким образом, что два (или более) набора кристаллических плоскостей одновременно удовлетворяют условиям Брэгга для одиночной длины волны. Напротив, будет продемонстрировано само существование двух-волновой дифракции в фокусирующей моде линзы и изучена величина ее негативного влияния на оптические свойства линзы.

Для этого, был проведен эксперимент по рентгеновской спектроскопии (рис. 3.7) на станции BM31 ESRF. На этой станции излучение с вертикальным размером 100 мкм генерируется с помощью поворотного магнита. Затем, происходит энергетическая фильтрация излучения с помощью двухкристалльного Si (111) монокроматора и оно попадает на образец. До и после образца установлены ионизационные камеры, измеряющие входящую и выходящую интенсивность, соответственно.

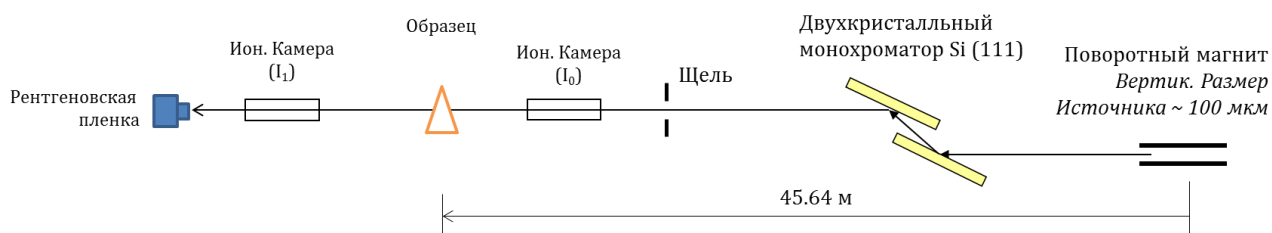


Рис. 3.7. Схема эксперимента по рентгеновской спектроскопии алмазных линз.

В первую очередь, на позицию образца была помещена пластина с планарными линзами, не описанная ранее в параграфе 2 (рис. 3.8). Материалом для данной пластины послужил монокристаллический алмаз (тип IIa) с небольшим количеством примесей азота и бора (чистота – ppm). Далее, в пластине, размером $8.3 \times 5.5 \times 1$ мм³ были вырезаны три ряда линз – СПЛ₁ (N = 6 одиночных линз с радиусом R = 200 мкм, апертурой A = 1 мм и толщиной тонкой части между параболом d = 130 мкм); СПЛ₂ (N = 11, R = 500 мкм, A = 1 мм, d = 250 мкм); СПЛ₃ (N = 6, R = 200 мкм, A = 0.8 мм, d = 600 мкм). Пластина с линзами была полностью изготовлена компанией “New diamond technology” (г. Санкт-Петербург, Сестрорецк, Россия) методом лазерной резки в струе воды. К сожалению, линзы не были детально протестированы и, потому, не были описаны в главе 2. Тем не менее, ввиду высокого качества материала, данная пластина представляла практический интерес для эксперимента по рентгеновским бликам. Кристаллографические направления, соответствующие граням пластины, отмечены на рис. 3.8.

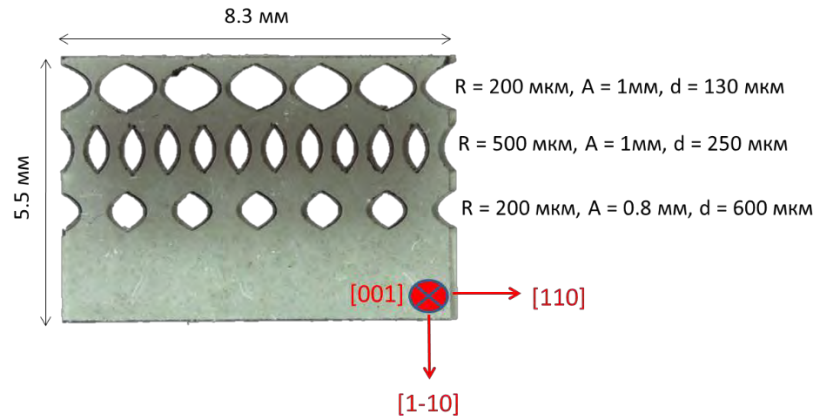


Рис. 3.8. Изображение в оптическом микроскопе линзы, изготовленной компанией “New diamond technology”. R , A , d – радиус, апертюра и толщина тонкой части линзы, соответственно. Красным отмечены кристаллографические направления.

Первым делом пластина была установлена так, что излучение, ограниченное щелями $450 \times 900 \text{ мкм}^2$ (Вертикальн. $\times$ Горизонтальн.), падало на СПЛ₁. При этом, направление падения излучения совпадало с кристаллографическим направлением $[110]$. Была снята зависимость проходящего через пластину излучения от энергии падающих фотонов, E (рис. 3.9, а). Интенсивность проходящего излучения I_l была нормирована на интенсивность падающего излучения I_0 . Хорошо видны резкие провалы интенсивности, образовавшиеся из-за перекачки проходящего излучения в дифрагированное. Можно преобразовать зависимость $I_l/I_0(E)$ в падение интенсивности в процентах (рис. 3.9, б). Тогда, становится видно, что провалы интенсивности достигают уровня 30-35%. Распределение числа провалов по величине падения интенсивности (рис. 3.9, в) показывает, что большинство провалов имеет величину 5-10 % (при уровне шума в пределах 2%). Важно отметить, что провалы имеют полную ширину на полувысоте порядка 10-30 угловых секунд. Похожая ситуация наблюдается и в энергетическом диапазоне 15 – 20 кэВ (рис. 3.9, г-д). Идентичная картина была получена и для СПЛ₂.

Во внимание стоит принять и следующее. Одиночные линзы в СПЛ₁ имеют параболический профиль, преломляющий рентгеновские лучи, причем угол отклонения луча зависит от расстояния до оптической оси. Тогда, из закона Брэгга, провал интенсивности для одного и того же дифракционного отражения будет возникать на чуть отличающихся энергиях вблизи центра и вблизи края апертюры линзы. Для подтверждения данной гипотезы, апертюра СПЛ₁ была просканирована тонкой щелью по вертикали (100 мкм) и в каждом пространственном положении щели осуществлялся энергетический скан вблизи положения известного провала. В результате, при движении от периферии линзы к её центру, уменьшалась величина провала (в %),

ввиду различия проходимых излучением толщин материала вблизи края и центра линзы. Однако, не было отмечено характерного изменения энергетического положения изучаемого провала. Данный вопрос требует дальнейшего изучения и теоретического моделирования.

Также, использовалась съемка на высокоразрешающую эмульсионную рентгеновскую пленку (размер зерна 1-2 мкм), установленную сразу после ионизационной камеры I_1 . Было исследовано различие в получаемых изображениях в фокальной плоскости линзы при энергиях падающего излучения, заведомо соответствующих мощному провалу интенсивности и его отсутствию. Ожидаемо, ввиду уменьшения интенсивности проходящего сигнала в энергии провала, происходило равномерное уменьшение освещенности изображения. При этом, никаких локальных градиентов интенсивности (бликов, наплывов) отмечено не было. Это означает, что при фокусировке линзой на энергии, соответствующей провалу, не будет происходить изменений в размерах и форме получаемого изображения. Будет уменьшаться лишь общая освещенность и, следовательно, коэффициент усиления линзы.

В дополнение, пластина была повернута на 90° и подобные измерения были проделаны для случая, когда излучение проходило через не профилированную лазером область, толщиной 1 мм. При этом, направление падения излучения совпадало с кристаллографическим направлением [001]. Как видно из рис. 3.9 (е-ж), провалы интенсивности, также, носят ярко выраженный характер. Ожидаемо, распределение провалов отличается от рис. 3.9 (б, г) ввиду отличной кристаллографической ориентации пластины.

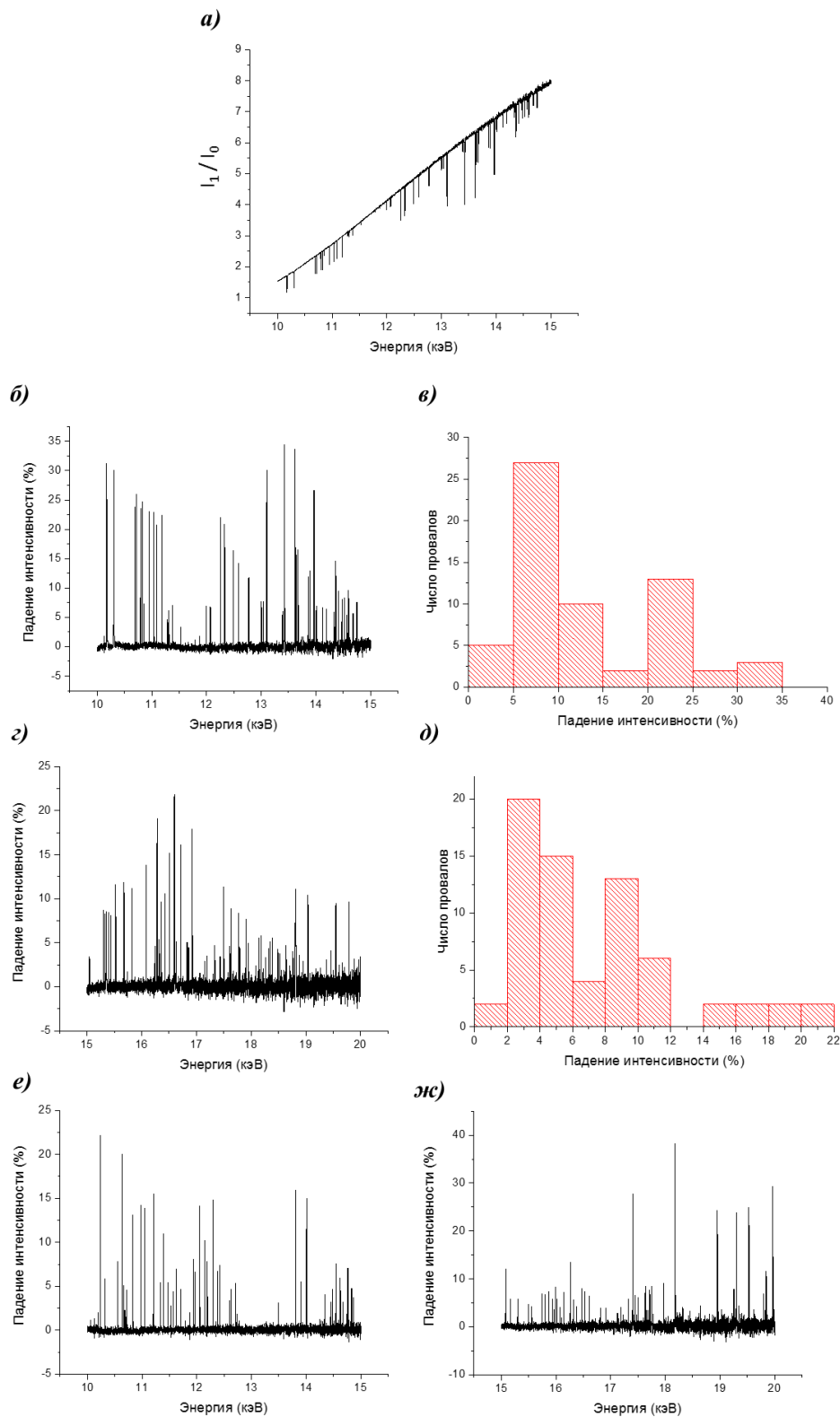


Рис. 3.9. Зависимость проходящей через СПЛ₁ относительной интенсивности от энергии (а). Относительное падение интенсивности в процентах и распределение числа провалов по уровню падения для СПЛ₁ (б-д). Относительное падение интенсивности для непрофилированной части пластины, толщиной 1 мм (е-ж).

Как было показано выше, при использовании планарных линз, вырезанных лазером в одной пластине, может присутствовать мощный эффект ослабления проходящего через линзу излучения за счет его перекачки в дифрагированное. Тогда, возникает идея об уменьшении величины провала за счет компоновки СПЛ из одиночных линз, произведенных в разных пластинах монокристаллического материала. Другими словами, отсутствие строго согласованной взаимной ориентации кристаллических плоскостей по всей длине СПЛ должно снизить негативное влияние рентгеновских бликов. В подтверждение данной гипотезы был проведен эксперимент, в котором в качестве образцов были установлены СПЛ, составленные из 16, 8, 4 и 1 двумерных одиночных полу-линз “ТИСНУМ”. Данные линзы были изготовлены из различных прямоугольных пластин монокристаллического алмаза с ориентацией (100) своих сторон. От пластины к пластине, угол между поверхностью и кристаллографическими плоскостями мог варьироваться в пределах трёх градусов. Более того, после изготовления, одиночная двумерная линза обладает круговой симметрией, а значит, при составлении таких линз в СПЛ невозможно добиться точного (в пределах ширины кривой качания 10-30 угл. сек.) совпадения кристаллографических направлений, перпендикулярных оптической оси СПЛ и направлению [100]. Всё это будет приводить к расщеплению одного сильно выраженного провала интенсивности (как в случае линзы “New diamond technology”) на несколько менее выраженных минимумов, распределенных в некотором энергетическом интервале. Результаты эксперимента показывают (рис.3.10), что, по сравнению с пластиной “New diamond technology”, относительное падение интенсивности сократилось более, чем в два раза, достигая максимального значения 12%. При этом, хорошо видно уменьшение числа провалов при сокращении числа одиночных линз в СПЛ. Данный результат подтверждает озвученный выше тезис о том, что минимизация рентгеновских бликов достижима при использовании СПЛ, составленных из одиночных линз с различной кристаллографической ориентацией.

3.4. Заключение по главе 3

В данной главе были проведены теоретический расчет и компьютерное моделирование влияния искажений профиля линзы на формирование оптического изображения. Были рассмотрены случаи поступательного и периодического отклонений реального профиля от идеального параболического. Разработанный подход связывает параметры отклонения с формируемым линзой изображением. Он позволяет определить расстояние до наиболее резкого изображения и его размер. Для одно- и двумерных алмазных полу-линз было

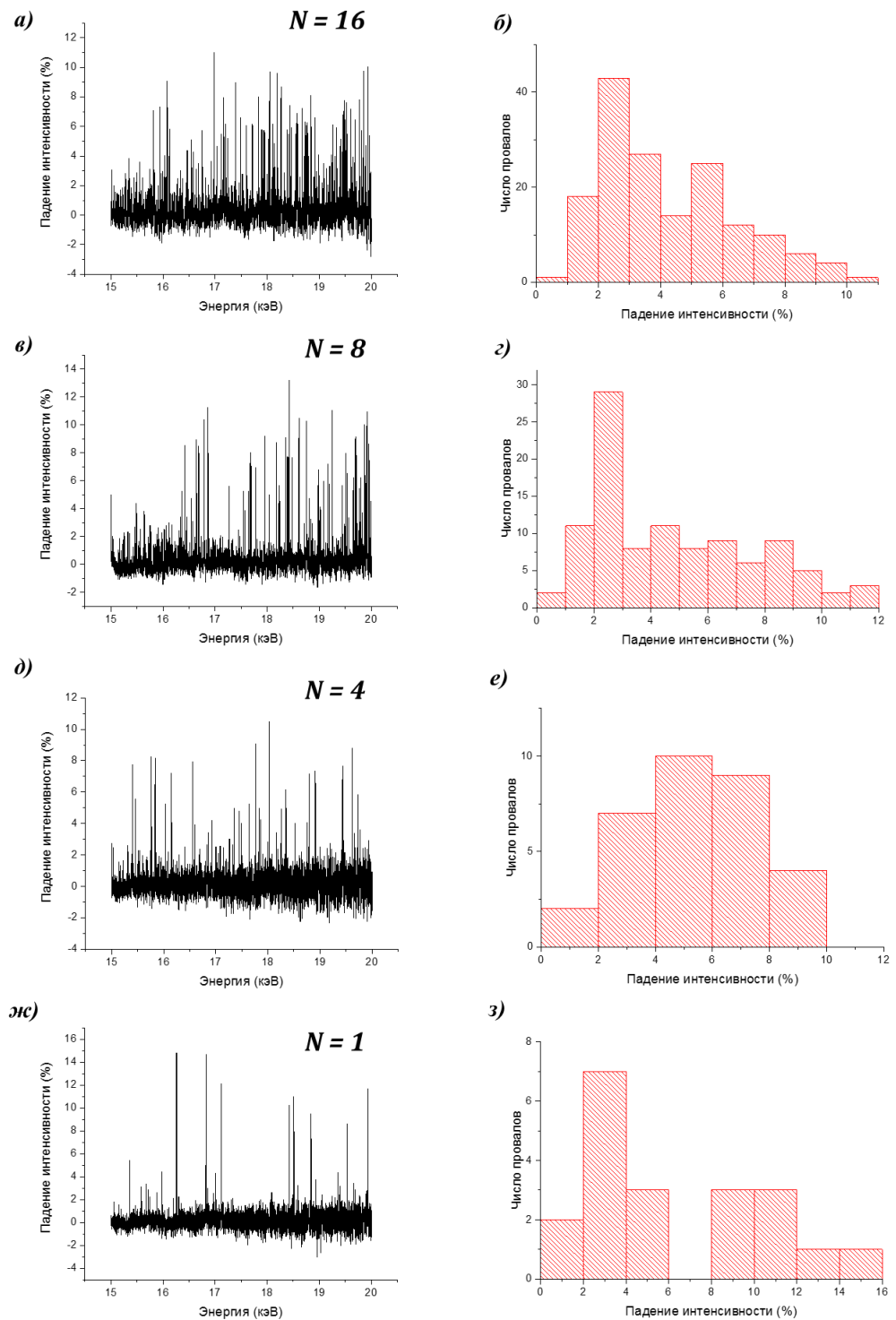


Рис. 3.10. Относительное падение интенсивности в процентах и распределение числа провалов по уровню падения для СПЛ, состоящих из шестнадцати (а,б), восьми (в,г), четырех (д,е) и одной (ж,з) двумерной полу-линзы.

продемонстрировано совпадение теоретически предсказанных и экспериментально полученных результатов.

Показано, что наличие как поступательного, так и периодического отклонения профиля от идеального по нормали оказывает существенное негативное влияние на оптические характеристики линз. Этот эффект более выражен при величине отклонения порядка 0.5% от значения радиуса кривизны параболы. Для соответствия данному критерию, существующие искажения профиля алмазных линз могут быть полностью устранены при применении фемтосекундных лазеров.

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

Рассмотрено влияние монокристаллической структуры материала линз на их рентгенооптические свойства. Было обнаружено присутствие большого числа ярко выраженных минимумов интенсивности, возникающих при удовлетворении дифракционных условий для падающего на линзу рентгеновского излучения. Это приводит к тому, что ослабление проходящей через линзу интенсивности, относительно падающей, может достигать 35%. Показано, что минимизация данного негативного эффекта возможна при компоновке СПЛ, составленных из одиночных линз с различной кристаллографической ориентацией. В этом случае, возможно уменьшить падение интенсивности до $< 10\%$.

Несмотря на наличие рентгеновских бликов, монокристаллическая форма алмаза является предпочтительнее поликристаллической. В параграфе 2.2.3 было продемонстрировано негативное влияние поликристаллической структуры материала на проходящее излучение. В то время как блики приводят лишь к ослаблению передаваемой линзой интегральной интенсивности, поликристаллическая структура формирует контрастные пятна на фокальном изображении, носящие локальный и ярко выраженный характер. Стоит отметить, что все вышеперечисленные эффекты могут быть устранены при использовании поликристаллического алмаза с наноразмерными зёрнами. Данная тематика требует отдельного изучения и не является предметом настоящей работы.

Глава 4. Фильтрация высших гармоник рентгеновского излучения преломляющей линзой.

В данной главе рассматриваются возможные дополнительные приложения алмазных преломляющих линз при их установке во “front-end” секции современных рентгеновских источников. Так, предлагается новый метод подавления высших гармоник рентгеновского излучения, основанный на использовании преломляющей рентгеновской оптики. Принимая во внимание факт того, что фокусное расстояние преломляющей рентгеновской линзы зависит от энергии падающего на неё излучения, использование внеосевого освещения линзы приводит к пространственному разделению энергетического спектра излучения после линзы. В результате, низкоэнергетическое излучение фокусируется, а несфокусированное высокоэнергетическое излучение подавляется с помощью экрана-поглотителя или щели.

4.1. Проблема высших гармоник

На сегодняшний день, монохроматическое излучение требуется для проведения большинства экспериментов на источниках синхротронного излучения. Поворотные магниты и ондуляторы генерируют рентгеновское излучение с широким энергетическим спектром. Затем, с помощью двукристалльных монохроматоров происходит выделение фиксированной длины волны из падающего спектра. В монохроматоре излучение последовательно отражается от двух кристаллов совершенного кремния, установленных параллельно друг другу. Отражение является дифракционным и основано на законе Брэгга-Вульфа ($n\lambda = 2d\sin\theta$). Из формулы видно, что кристаллы монохроматора выделяют из спектра падающего излучения не строго одну, а набор длин волн, удовлетворяющих различным порядкам дифракции n . Например, в монокристалле кремния для фиксированного угла Брэгга одновременно может быть выполнено условие (111), (333), (444), (555) отражений, что автоматически означает присутствие, так называемых, основной (λ) и высших ($\frac{\lambda}{3}$, $\frac{\lambda}{4}$, $\frac{\lambda}{5}$) гармоник рентгеновского излучения в спектре излучения после монохроматора, причем интенсивности высших гармоник сравнимы с интенсивностью основной гармоники. Отсюда следует, что подавление высших гармоник рентгеновского излучения является неотъемлемой частью экспериментов, где требуется специализированная, строго выделенная длина волны.

Наиболее часто используемыми методиками для подавления высших гармоник рентгеновского излучения являются метод «расстройки» кристаллов монохроматора и использование рентгеновских зеркал скользящего падения. Метод «расстройки» монохроматора

основан на следующем [144]. Ввиду того, что полуширина кривой дифракционного отражения уменьшается с возрастанием порядка отражения n , второй кристалл монохроматора может быть отклонен от точного брэгговского угла (максимум интенсивности) на малый угол Δ , порядка нескольких угловых секунд (рис. 4.1). Так, например (рис. 4.1, б), в кремниевом монохроматоре, при уменьшении интенсивности основной гармоники (9 кэВ) на 50% интенсивность отражения третьей гармоники (27 кэВ) уменьшится более, чем в 100 раз [145].

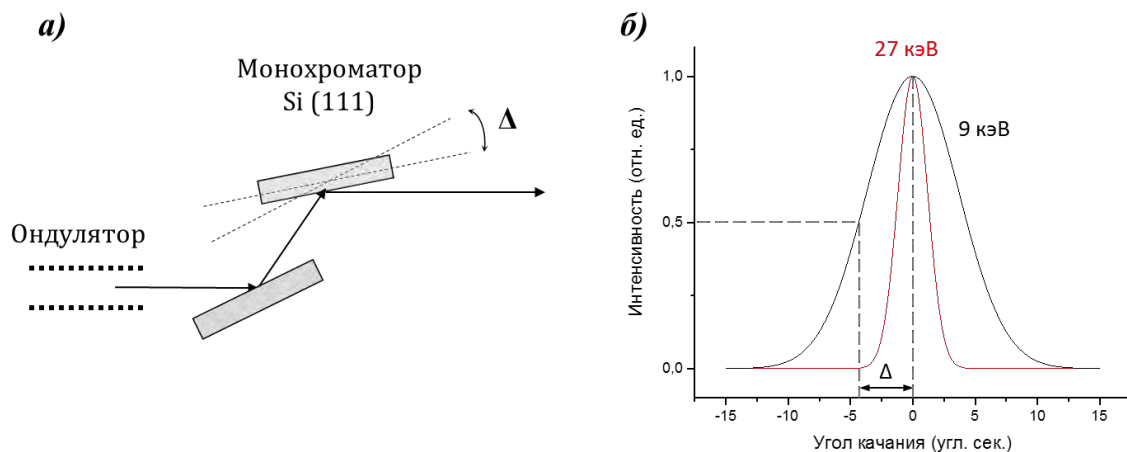


Рис. 4.1. Принцип метода «расстройки» монохроматора. Второй кристалл немного отклоняется из строго параллельной позиции по отношению к первому кристаллу (а), обеспечивая падение интенсивности высших гармоник более, чем в 100 раз (б).

Второй широко распространенный оптический элемент для подавления высших гармоник – это рентгеновское зеркало скользящего падения [146-148]. Рентгеновское зеркало работает, используя принцип полного внешнего отражения, когда полностью отражаются все лучи, падающие на зеркало под углом, меньше критического (рис. 4.2). Так как критический угол является энергозависимым ($\theta_c \cong \sqrt{\delta} \sim \lambda \sim 1/E$), то зеркало может быть настроено под таким углом к падающему излучению, что только рентгеновское излучение ниже определенной энергии будет полностью отражаться от поверхности зеркала, а вся высокоэнергетическая часть спектра будет поглощена материалом зеркала. Данный метод позволяет понизить содержание высших гармоник до 10^{-4} - 10^{-5} в случае использования зеркал в паре с «расстройкой» монохроматора [149].

Существует, также, несколько других методов подавления высших гармоник: использование ассиметричных изогнутых Лауэ-кристаллов кремния [150], отлично подходящих для XAFS- спектроскопии; подавление гармоник с помощью сегментации ондулятора [151], похожее по принципу на метод «расстройки».

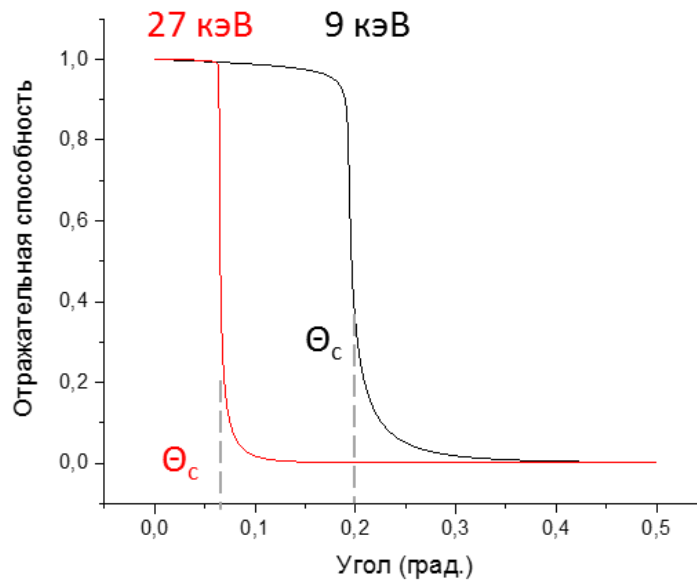


Рис. 4.2. Кривая отражения от рентгеновского зеркала зависит от энергии падающих фотонов. Поэтому, при соответствующем выборе угла, высокоэнергетическое излучение поглощается зеркалом.

Описанные выше методы основаны, в большинстве своем, на использовании отражающих оптических элементов. Отсюда, их существенным недостатком является изменение направления распространения рентгеновского луча ввиду отражений. При использовании зеркал, сюда можно добавить сложность установки, угловой настройки и получения экспериментального результата. Также, качество поверхности зеркала должно быть практически идеальным. Наконец, для больших энергий (>25 кэВ) критический угол становится настолько мал, что использование рентгеновских зеркал становится весьма затруднительным. В то же время, метод «расстройки» монохроматора намного легче в использовании, но он, часто, не может дать желаемую степень подавления высших гармоник.

В данной работе предлагается новый метод подавления высших гармоник, основанный на использовании преломляющих рентгеновских линз. Как уже обсуждалось ранее в главе 1, фокусное расстояние составной преломляющей линзы (СПЛ) является энергезависимым: $F = \frac{R}{2N\delta}$, где R – радиус линзы, N – число линз в СПЛ, а δ – декремент показателя преломления вещества линзы. Таким образом, использование внеосевого освещения линзы приводит к пространственному разделению спектра излучения после линзы. В результате, происходит фокусировка основной гармоники, а нефокусированное высокоэнергетическое излучение подавляется с помощью экрана-поглотителя или щели.

4.2. Эксперимент по подавлению высших гармоник составной преломляющей линзой.

Соответствующий эксперимент был проведен на станции ID06 ESRF (рис. 4.3). Рентгеновское излучение было сгенерировано ондулятором (параграф 1.1.2) и, поэтому, состояло из набора кратных гармоник с энергиями 9 кэВ, 18 кэВ, 27 кэВ и т.д. Затем, излучение коллимировалось щелями $S1 = 0.5 \times 0.5 \text{ мм}^2$ и падало на Si (111) двухкристальный монохроматор, угловое положение которого соответствовало отражению излучения с энергией 9 кэВ. После этого излучение падало на СПЛ₉, состоящую из 9 бериллиевых линз с радиусом $R = 1 \text{ мм}$. Использование СПЛ₉ позволило достичь желаемого расстояния от линзы до изображения $L_2 = 18 \text{ м}$ при энергии падающего излучения 9 кэВ. Эффективная апертура такой СПЛ₉ составила $A_{\text{eff}} = 1.6 \text{ мм}$. Важно отметить, что, в данном случае, выбор между бериллиевыми или алмазными линзами не имел большого значения, так как демонстрировался общий принцип и метод фильтрации, справедливый для преломляющих линз из любого материала.

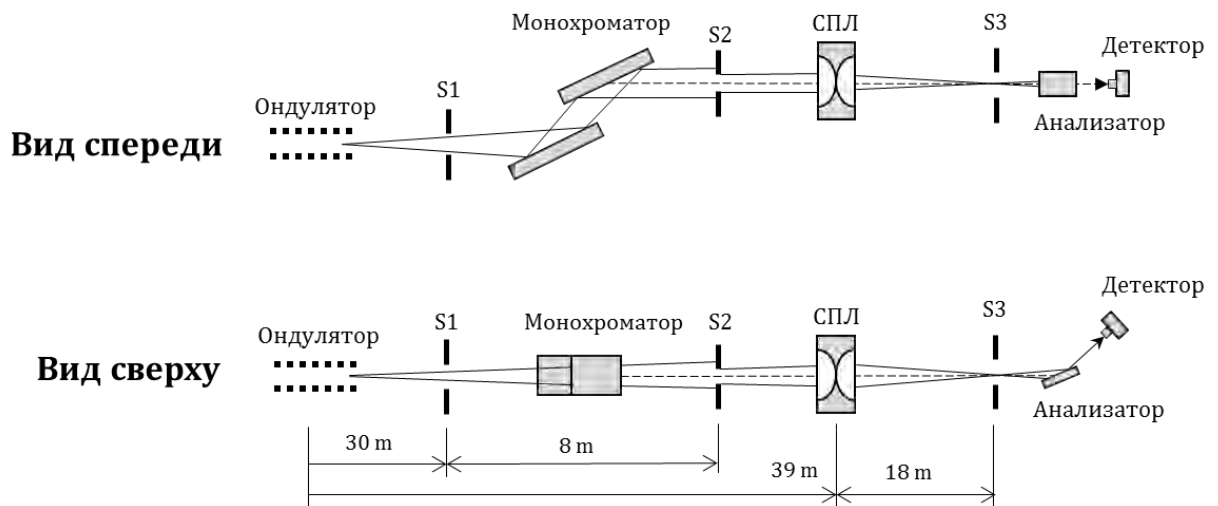


Рис. 4.3. Схема эксперимента по подавлению высших гармоник преломляющей оптикой.

Как уже было отмечено ранее, спектр рентгеновского излучения после прохождения Si (111) монохроматора состоит из основной (111) и высших ((333), (444) и т.д.) гармоник. Наибольший вклад в высокоэнергетическую составляющую вносит третья гармоника с энергией 27 кэВ. Далее, после прохождения СПЛ₉, основная гармоника (9 кэВ) будет сфокусирована на главной оптической оси, в то время как высокоэнергетическое излучение (27 кэВ) продолжит движение вперед практически без изменения направления. Для пространственного разделения этих частей спектра было использовано внеосевое освещение линзы (рис. 4.4), реализованное с помощью смещения коллимационных щелей S2 в вертикальном направлении на расстояние Δz от главной оптической оси. Ширина вертикальной щели S2 должна быть как минимум меньше

половины эффективной апертуры линз для обеспечения успешного разделения гармоник. Однако, ради гарантированной чистоты эксперимента, ширина щели S2 была задана равной 0.2 мм в вертикальном и горизонтальном направлениях. Коллимационные щели S3 после СПЛ₉ были использованы для подавления несфокусированного высокоэнергетического излучения. В то же время, для оценки эффективности подавления высших гармоник, использовался кремниевый кристалл-анализатор Si (111), установленный в геометрии Брэгга в точке фокусировки лучей после СПЛ₉.

Измерялись кривые качания основной ($E = 9$ кэВ, угол Брэгга кристалла $\theta_B = 12.687^\circ$) и третьей ($E = 27$ кэВ, угол Брэгга кристалла $\theta_B = 4.194^\circ$) гармоник. Измерения интенсивности производились с помощью PIN-диода, установленного после кристалла. Измерения были проделаны как с использованием внеосевого освещения линзы, так и без него.

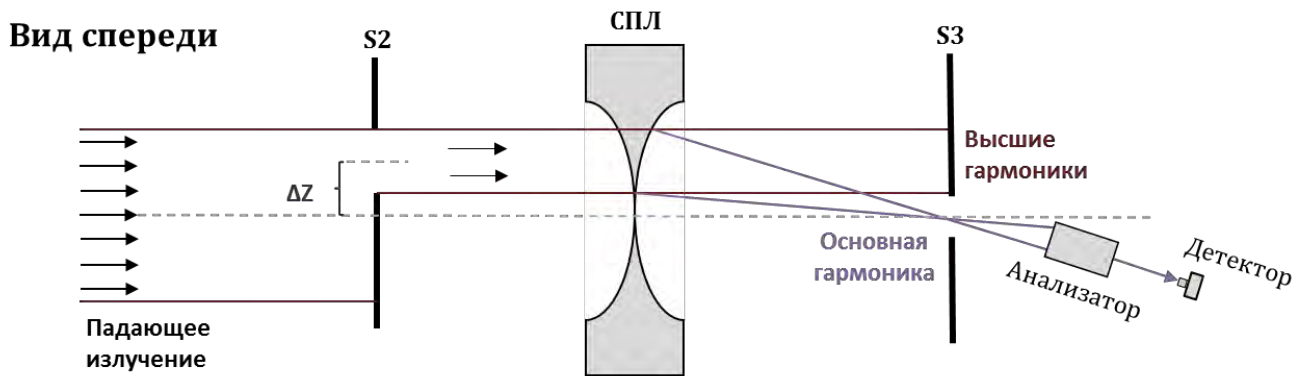


Рис. 4.4. Оптическая схема подавления высших гармоник с использованием СПЛ.

Кривые качания кристалла-анализатора для основной и третьей гармоник без использования внеосевого освещения изображены на рис. 4.5. Аналогичные кривые качания кристалла-анализатора для основной и третьей гармоник в случае использования внеосевого освещения (вертикальное смещения щелей S2 на расстояние $\Delta z = 0.3$ мм от главной оптической оси) изображены на рис. 4.6. В обоих случаях ширины щелей S2 и S3 были одинаковы и составили 0.2 мм в горизонтальном и вертикальном направлениях. Полная ширина кривой качания на полувысоте для первой и третьей гармоник составила, соответственно, 9.36 и 5 угловых секунд как для случая внеосевого освещения трансфокатора, так и без него, что означает, что использование линз не ухудшает свойств падающего излучения.

Для оценки степени подавления высших гармоник использовалось отношение интенсивностей I_2/I_1 , где I_2 – пиковая интенсивность кривой качания кристалла-анализатора для 27 кэВ в случае горизонтального смещения на $\Delta z = 0.3$ мм; I_1 – пиковая интенсивность кривой качания кристалла-анализатора для 27 кэВ в случае отсутствия горизонтального смещения ($\Delta z = 0$ мм). Как видно из рис. 4.5 и 4.6, удалось добиться подавления третьей гармоники в 10^3 раз.

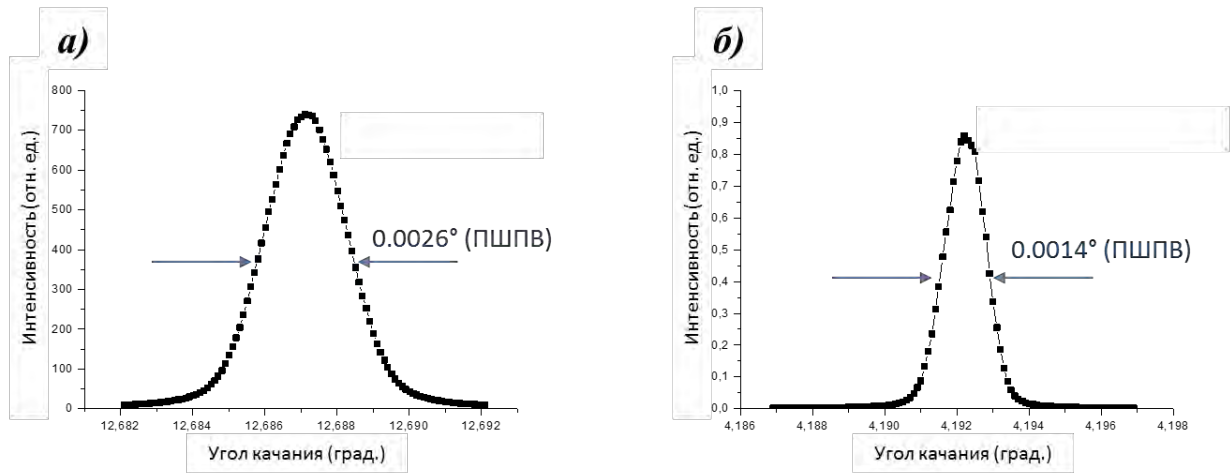


Рис. 4.5. Кривые качания кристалла-анализатора Si (111) для основной гармоники ($E = 9$ кэВ, *a*), и для третьей гармоники ($E = 27$ кэВ, *б*), измеренные без вертикального смещения ($\Delta z = 0$).

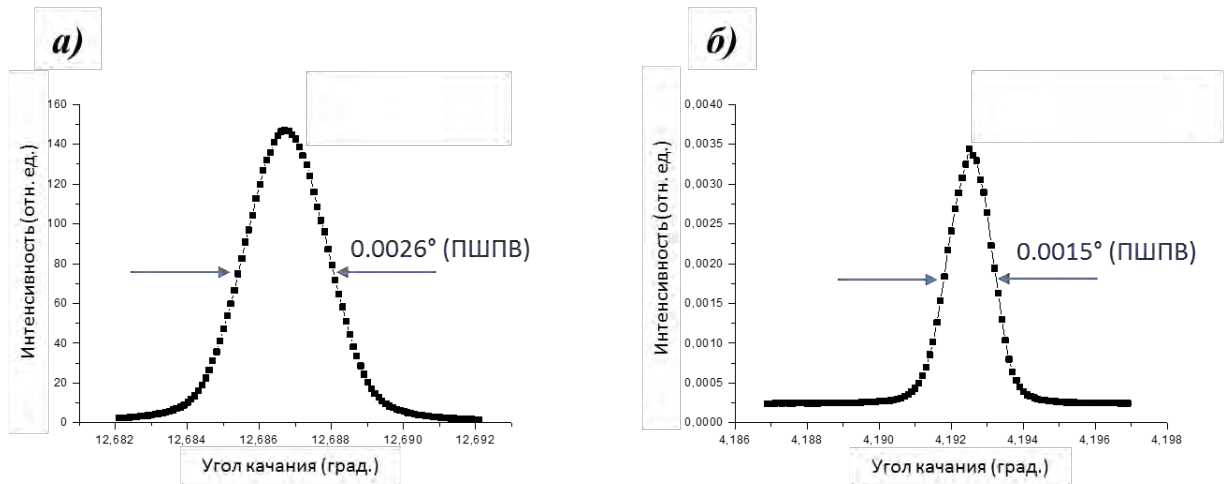


Рис. 4.6. Кривые качания кристалла-анализатора (Si (111)) для основной гармоники ($E = 9$ кэВ, *a*), и для третьей гармоники ($E = 27$ кэВ, *б*), измеренные с вертикальным смещением $\Delta z = 0.3$ мм.

Аналогичные измерения были проведены для различных ширины щелей S3 и результаты приведены в таблице 4.1. Из таблицы видно, что степень подавления высших гармоник возрастает с уменьшением ширины щелей S3. Это можно объяснить тем, что излучение после линзы является сильно сфокусированным в вертикальном направлении (менее 20 мкм), а уменьшение ширины щелей S3 ведет к подавлению нежелательного излучения (включая высшие гармоники), рассеянного на воздухе. Таким образом, подавление высших гармоник более эффективно при задании ширины щели S3 порядка размера сфокусированного изображения.

Итак, используя предложенный метод, удалось достигнуть степени подавления высших гармоник порядка 10^{-3} при падении интенсивности основной гармоники в 5 раз. Падение интенсивности основной гармоники связано с различной степенью поглощения излучения (9 кэВ) в центре и на периферии линзы. На это, также, влияет неравномерность распределения

интенсивности падающего излучения в пространстве, перпендикулярно направлению распространения. В добавление, стоит отметить, что в методе «расстройки» монохроматора отклонение второго кристалла на 0.0005° из параллельной позиции позволяет снизить содержание третьей гармоники до 10^{-2} . В результате, описанный метод в паре с «расстройкой» монохроматора может подавить высшие гармоники рентгеновского излучения на пять порядков величины.

Таблица 4.1. Эффективность подавления высших гармоник при разных конфигурациях коллимационных щелей.

I_2 / I_1	Ширина вертикальных щелей S2, мм	Ширина вертикальных щелей S3, мм
$4 \cdot 10^{-3}$	0.2	0.2
$2.5 \cdot 10^{-3}$	0.2	0.1
$1 \cdot 10^{-3}$	0.2	0.05

4.3. Заключение по главе 4

Была предложена и реализована качественно новая методика подавления высших гармоник рентгеновского излучения, основанная на использовании преломляющей оптики. Показано, что внеосевое освещение составной преломляющей линзы снижает содержание высших гармоник в спектре до 10^{-3} . В общей сложности, метод позволяет обеспечить подавление высших гармоник рентгеновского излучения до 10^{-5} при использовании в паре с «расстройкой» монохроматора.

Описанный метод хорошо подходит для источников синхротронного излучения третьего поколения и является очень перспективным для использования на будущих источниках IV-го поколения. Немаловажно, что преломляющие алмазные линзы, установленные во “front-end” секции современных рентгеновских источников, могут одновременно использоваться и для подавления гармоник, и для различных типов синхротронных экспериментов, включая микрофокусировку и микроскопию. Дополнительно, как было показано на стр. 89, использование преломляющих линз в качестве энергетического фильтра перед монохроматором снижает тепловую нагрузку на кристаллы монохроматора и уменьшает их “дрожание” из-за работы охлаждающей криогенной системы. Это позволяет уменьшить эффективный размер источника излучения, проецируемого кристаллами монохроматора, и увеличить степень пространственной когерентности проходящего излучения.

Данная методика может быть улучшена путем использования кольцевого освещения вместо внеосевого. Если вставить центральный поглотитель диаметром $2 \times \Delta z$ перед линзой (рис. 4.7), то это позволит удвоить интенсивность основной гармоники, сохраняя ту же степень подавления высших гармоник.

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

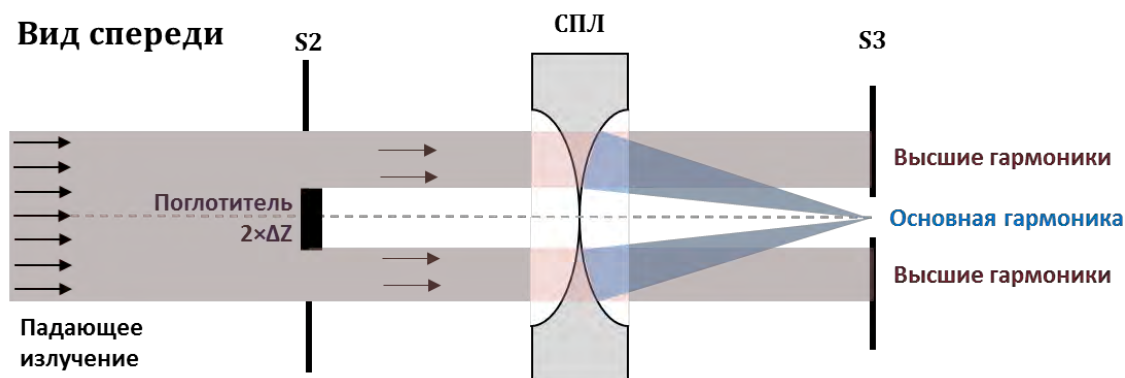


Рисунок 4.7. Оптическая схема подавления гармоник с использованием кольцевого освещения и центрального поглотителя.

Заключение

Данная работа впервые продемонстрировала практическую возможность применения абляции пико- и фемтосекундными лазерными импульсами к производству длиннофокусных алмазных преломляющих рентгеновских линз. В работе были показаны планарные, одиночные и двумерные линзы с параболическим и сферическим профилем, субмикронной шероховатостью поверхности, большой апертурой и шириной ($>1\text{ мм}$). Такие линзы предназначены для передачи высокомоощного излучения в горячих “front-end” секциях современных и будущих рентгеновских источников. Оптимальное сочетание тепловых и оптических свойств алмаза позволяет конкурировать алмазным линзам с бериллиевыми даже при условии более высокого качества поверхности и профиля у последних.

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

В ходе тестов было выявлено присутствие искажений профиля у линз, изготовленных лазерами с пикосекундной длительностью импульса. Поэтому, был произведен теоретический расчет и компьютерное моделирование влияния таких искажений на оптические свойства линзы. Данный подход позволил связать поступательное и периодическое отклонения реального профиля линз от его идеальной формы с размерами и яркостью формируемого изображения. Результаты моделирования совпали с наблюдаемыми экспериментальными данными. Было показано, что влияние таких отклонений снижается при уменьшении амплитуды отклонения до значений менее 0.5% от радиуса параболического профиля линзы. Это может быть достигнуто при производстве линз лазерами с фемтосекундной длительностью импульса. В последнем случае, уменьшается и шероховатость линзовой поверхности, до значения 0.3 мкм .

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

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

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

Благодарности

Я хочу выразить глубокую благодарность моему научному руководителю и наставнику Анатолию Снигиреву и его жене – Ирине Снигиревой - за неоценимый вклад в проведение данного исследования, постановку новаторских, смелых и обречённых на успех научных задач, умелое руководство моей научной работой и профессиональным ростом, а, также, за чрезвычайно теплое и искреннее личное отношение.

Эта работа не состоялась бы без помощи, советов и обсуждений с другими участниками нашей научной группы – Петром Ершовым, Михаилом Любомирским, Александром Баранниковым, Дмитрием Зверевым, Дмитрием Серебренниковым, Антоном Нариковичем, Иваном Лятуном.

Хочется поблагодарить всех коллабораторов, кто принимал участие в реализации данной работы – Вячеслава Юнкина, Сергея Кузнецова, Виктора Ральченко, Тараса Кононенко, Владимира Бланка, Сергея Терентьева, Сергея Жолудева, Сергея Полякова, Юрия Швыдько, John Morse. Нельзя не отметить и тех, кто самоотверженно помогал в проведении синхротронных экспериментов в ESRF – Олега Коновалова, Marco Di Michiel, Carsten Detlefs, Pierre Wattercamp, Hermann Emerich.

Описанные в работе экспериментальные и теоретические прикладные научные исследования проведены при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (контракты №. 14.Y26.31.0002 и 02.G25.31.0086)

Список литературы

1. Bilderback, D.H., S.A. Hoffman, and D.J. Thiel. Nanometer spatial resolution achieved in hard X-ray imaging and Laue diffraction experiments // *Science*. 1994. Vol. 263(5144). P. 201-203.
2. Morawe, C. and M. Osterhoff. Hard X-Ray Focusing with Curved Reflective Multilayers // *X-Ray Optics and Instrumentation*. 2010. Vol. 2010. P. 1-8.
3. Underwood, J.H., J.T.W. Barbee, and C. Frieber. X-ray microscope with multilayer mirrors // *Applied Optics*. 1986. Vol. 25(11). P. 1730-1732.
4. Yun, W., B. Lai, Z. Cai, J. Maser, D. Legnini, E. Gluskin, Z. Chen, A.A. Krasnoperova, Y. Vladimirovsky, F. Cerrina, E. Fabrizio, and M. Gentili. Nanometer focusing of hard x rays by phase zone plates // *Review of Scientific Instruments*. 1999. Vol. 70(5). P. 2238-2241.
5. Aristov, V.V., A.I. Erko, and V.V. Martynov. Principles of Bragg-Fresnel multilayer optics // *Rev. Phys. Appl. (Paris)*. 1988. Vol. 23(10). P. 1623-1630.
6. Snigirev, A., V. Kohn, I. Snigireva, and B. Lengeler. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays // *Nature*. 1996. Vol. 384(6604). P. 49-51.
7. Michael, D., Z. Jörg, S. Anatoly, S. Irina, H. Maik, E. Karl, A. Vitalii, S. Leonid, and Y. Vecheslav. X-ray standing wave microscopy: Chemical microanalysis with atomic resolution // *Applied Physics Letters*. 2002. Vol. 81. P. 2279.

8. Lengeler, B., C. Schroer, J. Tümmler, B. Benner, M. Richwin, A. Snigirev, I. Snigireva, and M. Drakopoulos. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard X-ray range // *Journal of Synchrotron Radiation*. 1999. Vol. 6(6). P. 1153-1167.
9. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Richwin, J. Tümmler, M. Drakopoulos, A. Snigirev, and I. Snigireva. A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses // *Applied Physics Letters*. 1999. Vol. 74(26). P. 3924.
10. Shabel'nikov, L., V. Nazmov, F.J. Pantenburg, J. Mohr, V. Saile, V. Yunkin, S. Kouznetsov, V.F. Pindyurin, I. Snigireva, and A.A. Snigirev. X-ray lens with kinoform refractive profile created by x-ray lithography // *Proceedings of SPIE*. 2002. Vol. 4783. P. 176-184.
11. Aristov, V.V., V.V. Starkov, L.G. Shabel'nikov, S.M. Kuznetsov, A.P. Ushakova, M.V. Grigoriev, and V.M. Tseitlin. Short-focus silicon parabolic lenses for hard X-rays // *Optics Communications*. 1999. Vol. 161(4-6). P. 203-208.
12. Snigirev, A. X-ray refractive optics for nanofocusing. // *Frontiers in Optics*. 2009. San Jose, CA: Optical Society of America.
13. Pavlov, G., I. Snigireva, A. Snigirev, T. Sagdullin, and M. Schmidt. Refractive X-ray shape memory polymer 3D lenses with axial symmetry // *X-Ray Spectrometry*. 2012. Vol. 41(5). P. 313-315.
14. Snigirev, A., I. Snigireva, M. Drakopoulos, V. Nazmov, E. Reznikova, S. Kuznetsov, M. Grigoriev, J. Mohr, and V. Saile. Focusing properties of X-ray polymer refractive lenses from SU-8 resist layer // *Proceedings of SPIE*. 2003. Vol. 5195. P. 21-31.
15. Artemiev, A., A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, N. Artemiev, M. Grigoriev, S. Peredkov, L. Glikin, M. Levtonov, V. Kvardakov, A. Zabelin, and A. Maevskiy. Focusing of synchrotron radiation by compound refractive lenses made from glassy carbon // *Review of Scientific Instruments*. 2006. Vol. 77.
16. Официальный сайт компании Rigaku [Электронный ресурс] // URL: <http://www.rigaku.com/en/products/xrd/multimax/specs> (дата обращения: 08.11.2016)
17. Attwood, D. and A. Sakdinawat. X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation: Principles and Applications // Cambridge University Press. Cambridge, UK. 2017.
18. Пример свойств излучения, генерируемого поворотным магнитом на ESRF. Официальный сайт ESRF [Электронный ресурс] // URL: - <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM25/BeamLine/SourceCharacteristics> (дата обращения: 08.11.2016)
19. Als-Nielsen, J. and D. McMorrow. Elements of Modern X-ray Physics // John Wiley & Sons. second edition. 2011.
20. Программа развития и обновления ESRF до 2022 года. Официальный сайт ESRF [Электронный ресурс] // URL: - http://www.esrf.eu/Apache_files/Upgrade/ESRF-orange-book.pdf (дата обращения: 02.11.2016)
21. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Kuhlmann, B. Benner, T.F. Günzler, O. Kurapova, F. Zontone, A. Snigirev, and I. Snigireva. Refractive x-ray lenses // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005. Vol. 38(10A). P. A218.
22. Snigirev, A., I. Snigireva, G. Vaughan, J. Wright, M. Rossat, A. Bytchkov, and C. Curfs. High energy X-ray transfocator based on Al parabolic refractive lenses for focusing and collimation // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012073.
23. Vaughan, G.B., J.P. Wright, A. Bytchkov, M. Rossat, H. Gleyzolle, I. Snigireva, and A. Snigirev. X-ray transfocators: focusing devices based on compound refractive lenses // *J Synchrotron Radiat*. 2011. Vol. 18(Pt 2). P. 125-33.
24. Zozulya, A.V., S. Bondarenko, A. Schavkan, F. Westermeier, G. Grubel, and M. Sprung. Microfocusing transfocator for 1D and 2D compound refractive lenses // *Opt Express*. 2012. Vol. 20(17). P. 18967-76.
25. Henke, B.L., E.M. Gullikson, and J.C. Davis. 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.

26. Справочная информация с сайта Центра Рентгеновской оптики Национальной Лаборатории Беркли (США) [Электронный ресурс] // URL: <http://www.cxro.lbl.gov/> (дата обращения: 08.11.2016)
27. С. Кузнецов. Калькулятор рентгеновской оптики. [Электронный ресурс] // URL: <http://purple.iptm.ru/xcalc/> (дата обращения: 08.11.2016)
28. Базы данных массовых коэффициентов ослабления. Сайт Национального института стандартизации и технологий (США) [Электронный ресурс] // URL: <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/> (дата обращения: 08.11.2016).
29. Snigirev, A., V. Kohn, I. Snigireva, A. Souvorov, and B. Lengeler. Focusing high-energy x rays by compound refractive lenses // *Appl Opt.* 1998. Vol. 37(4). P. 653-62.
30. Kohn, V.G. An exact theory of imaging with a parabolic continuously refractive X-ray lens // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 2003. Vol. 97(1). P. 204-215.
31. Kohn, V.G. Semianalytical theory of focusing synchrotron radiation by an arbitrary system of parabolic refracting lenses and the problem of nano-focusing // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2009. Vol. 3(3). P. 358-364.
32. Kohn, V., I. Snigireva, and A. Snigirev. Diffraction theory of imaging with X-ray compound refractive lens // *Optics Communications*. 2003. Vol. 216(4-6). P. 247-260.
33. Tümmeler, J. Development of Compound Refractive Lenses for Hard X Rays. A Novel Instrument in Hard X-ray Analysis // Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule (RWTH) Aachen. 2000.
34. Snigirev, A., I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M.D. Michiel, G. Vaughan, V. Kohn, and S. Kuznetsov. High energy X-ray nanofocusing by silicon planar lenses // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012-072.
35. Глубина фокуса. [Электронный ресурс] // Википедия : свободная энцикл. – Электрон. дан. – [Б. м.], 2016. – URL: Википедия - https://en.wikipedia.org/wiki/Depth_of_focus (дата обращения: 08.11.2016).
36. Lengeler, B., C.G. Schroer, B. Benner, T.F. Günzler, M. Kuhlmann, J. Tümmeler, A.S. Simionovici, M. Drakopoulos, A. Snigirev, and I. Snigireva. Parabolic refractive X-ray lenses: a breakthrough in X-ray optics // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2001. Vol. 467-468(PART II). P. 944-950.
37. Schroer, C.G., B. Lengeler, B. Benner, T.F. Günzler, M. Kuhlmann, A.S. Simionovici, S. Bohic, M. Drakopoulos, A. Snigirev, I. Snigireva, and W.H. Schröder. Microbeam production using compound refractive lenses: Beam characterization and applications. // *X-Ray Micro- and Nano-Focusing: Applications and Techniques II*. 2001. San Diego, CA. Vol. 4499. P. 52-63.
38. Lengeler, B., C.G. Schroer, B. Benner, A. Gerhardus, T.F. Günzler, M. Kuhlmann, J. Meyer, and C. Zimprich. Parabolic refractive X-ray lenses // *J Synchrotron Radiat*. 2002. Vol. 9(Pt 3). P. 119-24.
39. Schroer, C.G., M. Kuhlmann, B. Lengeler, T.F. Günzler, O. Kurapova, B. Benner, C. Rau, A.S. Simionovici, A.A. Snigirev, and I. Snigireva. Beryllium parabolic refractive x-ray lenses. // *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics*. 2002. Seattle, WA. Vol. 4783. P. 10-18.
40. Kuznetsov, S., I. Snigireva, A. Snigirev, C. Schroer, and B. Lengeler. X-ray optical objective based on Al and Be compound refractive lenses. // *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics II*. 2004. Denver, CO. Vol. 5539. P. 200-207.
41. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Kuhlmann, B. Benner, T.F. Günzler, O. Kurapova, F. Zontone, A. Snigirev, and I. Snigireva. Beryllium parabolic refractive x-ray lenses. // *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics II*. 2004. Denver, CO. Vol. 5539. P. 1-9.
42. Bruno, L., G.S. Christian, K. Marion, B. Boris, G. Til Florian, K. Olga, Z. Federico, S. Anatoly, and S. Irina. Refractive x-ray lenses // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005. Vol. 38(10A). P. A218.

43. Snigirev, A., I. Snigireva, V. Kohn, V. Yunkin, S. Kuznetsov, M.B. Grigoriev, T. Roth, G. Vaughan, and C. Detlefs. X-ray nanointerferometer based on si refractive bilenses // *Phys Rev Lett*. 2009. Vol. 103(6). P. 064801.
44. Lyubomirskiy, M., I. Snigireva, S. Kuznetsov, V. Yunkin, and A. Snigirev. Hard x-ray single crystal bi-mirror // *Opt Lett*. 2015. Vol. 40(10). P. 2205-8.
45. Snigirev, A., I. Snigireva, M. Lyubomirskiy, V. Kohn, V. Yunkin, and S. Kuznetsov. X-ray multilens interferometer based on Si refractive lenses // *Proceedings of SPIE*. 2014. Vol. 9207. P. 920703.
46. Lyubomirskiy, M., I. Snigireva, and A. Snigirev. Lens coupled tunable Young's double pinhole system for hard X-ray spatial coherence characterization // *Opt Express*. 2016. Vol. 24(12). P. 13679-86.
47. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Richwin, J. Tümmeler, M. Drakopoulos, A. Snigirev, and I. Snigireva. A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses // *Applied Physics Letters*. 1999.
48. Schroer, C.G., B. Benner, T.F. Günzler, M. Kuhlmann, C. Zimprich, B. Lengeler, C. Rau, T. Weitkamp, A. Snigirev, I. Snigireva, and J. Appenzeller. High resolution imaging and lithography with hard x rays using parabolic compound refractive lenses // *Review of Scientific Instruments*. 2002. Vol. 73(3). P. 1640-1642.
49. Simons, H., A. King, W. Ludwig, C. Detlefs, W. Pantleon, S. Schmidt, I. Snigireva, A. Snigirev, and H.F. Poulsen. Dark-field X-ray microscopy for multiscale structural characterization // *Nat Commun*. 2015. Vol. 6(6098). P. 6098.
50. Roth, T., C. Detlefs, I. Snigireva, and A. Snigirev. X-ray diffraction microscopy based on refractive optics // *Optics Communications*. 2015. Vol. 340. P. 33-38.
51. Byelov, D.V., J.-M. Meijer, I. Snigireva, A. Snigirev, L. Rossi, E. van den Pol, A. Kuijk, A. Philipse, A. Imhof, A. van Blaaderen, G.J. Vroege, and A.V. Petukhov. In situ hard X-ray microscopy of self-assembly in colloidal suspensions // *RSC Advances*. 2013. Vol. 3(36). P. 15670.
52. Snigireva, I., A. Bosak, and A. Snigirev. Towards high-resolution X-ray microscopy on mesoscopic structures. // *10th International Conference on X-Ray Microscopy*. 2010. Chicago, IL. Vol. 1365. P. 289-292.
53. Bosak, A., I. Snigireva, K.S. Napolskii, and A. Snigirev. High-resolution transmission X-ray microscopy: A new tool for mesoscopic materials // *Adv Mater*. 2010. Vol. 22(30). P. 3256-9.
54. Christian, G.S., B. Pit, M.F. Jan, P. Jens, S. Andreas, S. Andreas, S. Sandra, B. Manfred, S. Sebastian, R. Christian, and H.S. Walter. Hard X-ray scanning microscopy with fluorescence and diffraction contrast // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012-016.
55. Schroer, C.G., P. Cloetens, M. Rivers, A. Snigirev, A. Takeuchi, and W. Yun. High-Resolution 3D Imaging Microscopy Using Hard X-Rays // *MRS Bulletin*. 2004. Vol. 29(3). P. 157-165+154.
56. Schroer, C.G., J. Meyer, M. Kuhlmann, B. Benner, T.F. Günzler, B. Lengeler, C. Rau, T. Weitkamp, A. Snigirev, and I. Snigireva. Nano-tomography based on hard x-ray microscopy with refractive lenses // *7th International Conference on X-Ray Microscopy*. 2003. Vol. 104. P. 271.
57. Lengeler, B., C.G. Schroer, M. Kuhlmann, B. Benner, T.F. Günzler, O. Kurapova, C. Rau, T. Weitkamp, A. Simionovici, A. Snigirev, and I. Snigireva. Beryllium parabolic refractive X-ray lenses for full field imaging and scanning microscopy with hard X-rays // *7th International Conference on X-Ray Microscopy*. 2003. Vol. 104. P. 221.
58. Schroer, C.G., T.F. Günzler, B. Benner, M. Kuhlmann, J. Tümmeler, B. Lengeler, C. Rau, T. Weitkamp, A. Snigirev, and I. Snigireva. Hard X-ray full field microscopy and magnifying microtomography using compound refractive lenses // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2001. Vol. 467-468(PART II). P. 966-969.

59. Ershov, P., S. Kuznetsov, I. Snigireva, V. Yunkin, A. Goikhman, and A. Snigirev. Fourier crystal diffractometry based on refractive optics // *Journal of Applied Crystallography*. 2013. Vol. 46(5). P. 1475-1480.
60. Wilhelm, F., G. Garbarino, J. Jacobs, H. Vitoux, R. Steinmann, F. Guillou, A. Snigirev, I. Snigireva, P. Voisin, D. Braithwaite, D. Aoki, J.P. Brison, I. Kantor, I. Lyatun, and A. Rogalev. High pressure XANES and XMCD in the tender X-ray energy range // *High Pressure Research*. 2016. Vol. 36(3). P. 445-457.
61. Snigirev, A., V. Yunkin, I. Snigireva, M.D. Michiel, M. Drakopoulos, S. Kuznetsov, L. Shabelnikov, M. Grigoriev, V. Ralchenko, I. Sychov, M. Hoffmann, and E. Voges. Diamond refractive lens for hard X-ray focusing // *Proceedings of SPIE*. 2002. Vol. 4783.
62. Ralchenko, V.G., A.V. Khomich, A.V. Baranov, I.I. Vlasov, and V.I. Konov. Fabrication of CVD Diamond Optics with Antireflective Surface Structures // *Physica status solidi (a)*. 1999. Vol. 174(1). P. 171-176.
63. Bjorkman, H., P. Rangsten, P. Hollman, and K. Hjort. Diamond replicas from microstructured silicon masters // *Sensors and Actuators A*. 1999. Vol. 73. P. 20-29.
64. Yunkin, V., M.V. Grigoriev, S. Kuznetsov, A.A. Snigirev, and I.I. Snigireva. Planar parabolic refractive lenses for hard x-rays: technological aspects of fabrication // *Proceedings of SPIE*. 2004. Vol. 5539. P. 226-234.
65. Nohammer, B., J. Hoszowska, A.K. Freund, and C. David. Diamond planar refractive lenses for third- and fourth-generation X-ray sources // *J Synchrotron Radiat*. 2003. Vol. 10(Pt 2). P. 168-71.
66. Isakovic, A.F., A. Stein, J.B. Warren, S. Narayanan, M. Sprung, A.R. Sandy, and K. Evans-Lutterodt. Diamond kinoform hard X-ray refractive lenses: design, nanofabrication and testing // *J Synchrotron Radiat*. 2009. Vol. 16(Pt 1). P. 8-13.
67. Ribbing, C., B. Cederström, and M. Lundqvist. Microstructured diamond X-ray source and refractive lens // *Diamond and Related Materials*. 2003. Vol. 12(10-11). P. 1793-1799.
68. Alianelli, L., K.J.S. Sawhney, A. Malik, O.J.L. Fox, P.W. May, R. Stevens, I.M. Loader, and M.C. Wilson. A planar refractive x-ray lens made of nanocrystalline diamond // *Journal of Applied Physics*. 2010. Vol. 108(12). P. 123107.
69. Malik, A.M., O.J.L. Fox, L. Alianelli, A.M. Korsunsky, R. Stevens, I.M. Loader, M.C. Wilson, I. Pape, K.J.S. Sawhney, and P.W. May. Deep reactive ion etching of silicon moulds for the fabrication of diamond x-ray focusing lenses // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2013. Vol. 23(12). P. 125018.
70. Fox, O.J., L. Alianelli, A.M. Malik, I. Pape, P.W. May, and K.J. Sawhney. Nanofocusing optics for synchrotron radiation made from polycrystalline diamond // *Opt Express*. 2014. Vol. 22(7). P. 7657-68.
71. Aristov, V., M. Grigoriev, S. Kuznetsov, L. Shabelnikov, V. Yunkin, C. Rau, A. Snigirev, I. Snigireva, T. Weitkamp, M. Hoffmann, and E. Voges. Silicon planar refractive lenses with the optimized design // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2001. Vol. 470(1-2). P. 131-134.
72. Aristov, V., M. Grigoriev, S. Kuznetsov, L. Shabelnikov, V. Yunkin, C. Rau, A. Snigirev, I. Snigireva, T. Weitkamp, M. Hoffmann, and E. Voges. Silicon planar parabolic lenses // *Advances in X-Ray Optics*. 2001. Vol. 4145. P. 285-293.
73. Snigireva, I., V. Yunkin, S. Kuznetsov, M. Grigoriev, M. Chukalina, L. Shabel'nikov, A. Snigirev, M. Hoffmann, and E. Voges. Focusing properties of silicon refractive lenses: Comparison experimental results with the computer simulation. // *Crystals, Multilayers, and Other Synchrotron Optics*. 2003. San Diego, CA. Vol. 5195. P. 32-39.
74. Snigireva, I., M. Grigoriev, L. Shabel'nikov, V. Yunkin, A. Snigirev, S. Kuznetsov, M. Di Michiel, M. Hoffmann, and E. Voges. An x-ray refractive collimator based on planar silicon lens. // *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics*. 2002. Seattle, WA. Vol. 4783. P. 19-27.

75. Snigirev, A., I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M. Di Michiel, S. Kuznetsov, and G. Vaughan. Silicon planar lenses for high energy X-ray nanofocusing. // *Advances in X-Ray/EUV Optics and Components II*. 2007. San Diego, CA. Vol. 6705.
76. Alianelli, L., K.J.S. Sawhney, M.K. Tiwari, I.P. Dolbnya, R. Stevens, D.W.K. Jenkins, I.M. Loader, M.C. Wilson, and A. Malik. Germanium and silicon kinoform focusing lenses for hard x-rays // *Journal of Physics: Conference Series*. 2009. Vol. 186(1). P. 012062.
77. Shu, D., Y. Shvyd'ko, J. Amann, P. Emma, S. Stoupin, and J. Quintana. Design of a diamond-crystal monochromator for the LCLS hard x-ray self-seeding project // *Journal of Physics: Conference Series*. 2013. Vol. 425(5). P. 052004.
78. Van aerenbergh, P., C. Detlefs, J. Härtwig, T.A. Lafford, F. Masiello, T. Roth, W. Schmid, P. Wattecamps, L. Zhang, R. Garrett, I. Gentle, K. Nugent, and S. Wilkins. High Heat Load Diamond Monochromator Project at ESRF // *AIP Conference Proceedings*. 2010. Vol. 1234. P. 229-232.
79. Fernandez, P.B., T. Graber, W.K. Lee, D.M. Mills, C.S. Rogers, and L. Assoufid. Test of a high-heat-load double-crystal diamond monochromator at the Advanced Photon Source // *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. 1997. Vol. 400(2-3). P. 476-483.
80. Khounsary, A.M., R.K. Smither, S. Davey, and A. Purohit. Diamond monochromator for high heat flux synchrotron x-ray beams. // *Proceedings of SPIE*. 1993. Vol. 1739. P. 628-642.
81. Shvyd'ko, Y., S. Stoupin, V. Blank, and S. Terentyev. Near-100% Bragg reflectivity of X-rays // *Nat Photon*. 2011. Vol. 5(9). P. 539-542.
82. Amann, J., W. Berg, V. Blank, F.J. Decker, Y. Ding, P. Emma, Y. Feng, J. Frisch, D. Fritz, J. Hastings, Z. Huang, J. Krzywinski, R. Lindberg, H. Loos, A. Lutman, H.D. Nuhn, D. Ratner, J. Rzepiela, D. Shu, Y. Shvyd'ko, S. Spampinati, S. Stoupin, S. Terentyev, E. Trakhtenberg, D. Walz, J. Welch, J. Wu, A. Zholents, and D. Zhu. Demonstration of self-seeding in a hard-X-ray free-electron laser // *Nat Photon*. 2012. Vol. 6(10). P. 693-698.
83. Stoupin, S., Y.V. Shvyd'ko, D. Shu, V.D. Blank, S.A. Terentyev, S.N. Polyakov, M.S. Kuznetsov, I. Lemesh, K. Mundboth, S.P. Collins, J.P. Sutter, and M. Tolkiehn. Hybrid diamond-silicon angular-dispersive x-ray monochromator with 0.25-meV energy bandwidth and high spectral efficiency // *Opt Express*. 2013. Vol. 21(25). P. 30932-46.
84. Stoupin, S., S.A. Terentyev, V.D. Blank, Y.V. Shvyd'ko, K. Goetze, L. Assoufid, S.N. Polyakov, M.S. Kuznetsov, N.V. Kornilov, J. Katsoudas, R. Alonso-Mori, M. Chollet, Y. Feng, J.M. Glowia, H. Lemke, A. Robert, M. Sikorski, S. Song, and D. Zhu. All-diamond optical assemblies for a beam-multiplexing X-ray monochromator at the Linac Coherent Light Source // *Journal of Applied Crystallography*. 2014. Vol. 47(4). P. 1329-1336.
85. Olson, J.R., R.O. Pohl, J.W. Vandersande, A. Zoltan, T.R. Anthony, and W.F. Banholzer. Thermal conductivity of diamond between 170 and 1200 K and the isotope effect // *Physical Review B*. 1993. Vol. 47(22). P. 14850-14856.
86. Khounsary, A.M., R.K. Smither, and S. Davey. Diamond Monochromator for High Heat Flux synchrotron X-ray beams // *Proceedings of SPIE*. 1992. Vol. 1739. P. 628-642.
87. Antipov, S., S.V. Baryshev, S. Baturin, R. Kostin, S. Stoupin, and G. Chen. Thermal analysis of the diamond compound refractive lens // *Proceedings of SPIE*. 2016. Vol. 9963. P. 99630R-5.
88. Тепловая стабильность преломляющих бериллиевых линз. Сайт RXOPTICS [Электронный ресурс] // URL: <http://www.rxoptics.de/thermal.html> (дата обращения: 17.09.2006).
89. Zhang, L., A.A. Snigirev, I.I. Snigireva, G. Naylor, A. Madsen, F. Zontone, M. Di Michiel, and P. Elleaume. Thermo-mechanical analysis and design optimization of front-end compound refractive lens // *Proceedings of SPIE*. 2004. Vol. 5539. P. 48-58.
90. Abeln, T., F. Radtke, and F. Dausinger. High precision drilling with short-pulsed solid-state lasers // *Proc. Laser Microfabrication Conf. ICALEO '99 (San Diego, CA)*. 2000. Vol. 88. P. 192-203.

91. Dausinger, F., H. Hugel, and V.I. Konov. Micromachining with ultrashort laser pulses: from basic understanding to technical applications // *Proceedings of SPIE*. 2003. Vol. 5147. P. 106-115.
92. Ramanathan, D. and P.A. Molian. Micro- and Sub-Micromachining of Type IIa Single Crystal Diamond Using a Ti:Sapphire Femtosecond Laser // *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 2002. Vol. 124(2). P. 389-396.
93. Su, S., J. Li, G.C.B. Lee, K. Sugden, D. Webb, and H. Ye. Femtosecond laser-induced microstructures on diamond for microfluidic sensing device applications // *Applied Physics Letters*. 2013. Vol. 102(23). P. 231913.
94. Kononenko, V.V., T.V. Kononenko, S.M. Pimenov, S. M.N., V.I. Konov, and D. F. Effect of the pulse duration on graphitisation of diamond during laser ablation // *Kvant. electron*. 2005. Vol. 35. P. 252-256.
95. Bögli, U., A. Blatter, S.M. Pimenov, A.A. Smolin, and V.I. Konov. Smoothing of diamond films with an ArF laser // *Diamond and Related Materials*. 1992. Vol. 1(7). P. 782-788.
96. Cappelli, E., G. Mattei, S. Orlando, F. Pinzari, and P. Ascarelli. Pulsed laser surface modifications of diamond thin films // *Diamond and Related Materials*. 1999. Vol. 8(2-5). P. 257-261.
97. Otake, S., H. Ohfuji, T. Okuchi, H. Kagi, H. Sumiya, and T. Irifune. Pulsed laser processing of nano-polycrystalline diamond: A comparative study with single crystal diamond // *Diamond and Related Materials*. 2009. Vol. 18(5-8). P. 877-880.
98. Eberle, G., C. Dold, and K. Wegener. Laser fabrication of diamond micro-cutting tool-related geometries using a high-numerical aperture micro-scanning system // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2015. Vol. 81(5). P. 1117-1125.
99. Juswig, A., S. Risse, R. Eberhardt, and A. Tunnemann. Laser generated and structured prototypes of diamond tool tips for microoptics fabrication // *Proceedings of 25th Annual Meeting of the American Society for Precision Engineering, Atlanta, USA*. 2010. P. 53-56.
100. Zalloum, O.H.Y., M. Parrish, A. Terekhov, and W. Hofmeister. On femtosecond micromachining of HPHT single-crystal diamond with direct laser writing using tight focusing // *Optics Express*. 2010. Vol. 18(12). P. 13122-13135.
101. Masaki, T., V. Egidijus, T. Dmitri, K. Igor, S. Shoji, M. Hidetoshi, S. Nobuhiko, M. Kazunari, M. Shuji, S. Toshiharu, Y. Mamoru, and K. Shin-ya. Micro-Character Printing on a Diamond Plate by Femtosecond Infrared Optical Pulses // *Japanese Journal of Applied Physics*. 2003. Vol. 42(7R). P. 4613.
102. Tönshoff, H.K., C. Momma, A. Ostendorf, S. Nolte, and G. Kamlage. Microdrilling of metals with ultrashort laser pulses // *Journal of Laser Applications*. 2000. Vol. 12(1). P. 23-27.
103. Klimentov, S.M., T.V. Kononenko, P.A. Pivovarov, S.V. Garnov, V.I. Konov, D. Breitling, and F. Dausinger. Role of gas environment in the process of deep-hole drilling by ultrashort laser pulses // *Proceedings of SPIE*. 2003. Vol. 4830. P. 515-520.
104. Официальный сайт компании Element Six [Электронный ресурс] // URL: http://www.e6.com/wps/wcm/connect/E6_Content_EN/Home (дата обращения: 17.09.2016).
105. Официальный сайт компании Micro-Usinage Laser [Электронный ресурс] // URL: <http://micro-usinage-laser.com/> (дата обращения: 17.09.2016).
106. Polikarpov, M., I. Snigireva, J. Morse, V. Yunkin, S. Kuznetsov, and A. Snigirev. Large-acceptance diamond planar refractive lenses manufactured by laser cutting // *J Synchrotron Radiat*. 2015. Vol. 22(Pt 1). P. 23-28.
107. Ralchenko, V.G., E. Pleuler, F.X. Lu, D.N. Sovyk, A.P. Bolshakov, S.B. Guo, W.Z. Tang, I.V. Gontar, A.A. Khomich, E.V. Zavedeev, and V.I. Konov. Fracture strength of optical quality and black polycrystalline CVD diamonds // *Diamond and Related Materials*. 2012. Vol. 23. P. 172-177.
108. Официальный сайт компании Almax Easylab [Электронный ресурс] // URL: <http://www.almax-easylab.com> (дата обращения: 17.09.2016).

109. Polyakov, S.N., V.N. Denisov, N.V. Kuzmin, M.S. Kuznetsov, S.Y. Martyushov, S.A. Nosukhin, S.A. Terentiev, and V.D. Blank. 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.
110. Kononenko, T.V., E.V. Zavedeev, V.V. Kononenko, K.K. Ashikkalieva, and V.I. Konov. Graphitization wave in diamond bulk induced by ultrashort laser pulses // *Applied Physics A*. 2015. Vol. 119(2). P. 405-414.
111. Kononenko, T.V., M. Meier, M.S. Komlenok, S.M. Pimenov, V. Romano, V.P. Pashinin, and V.I. Konov. Microstructuring of diamond bulk by IR femtosecond laser pulses // *Applied Physics A*. 2008. Vol. 90(4). P. 645-651.
112. von Ardenne, M. Das Elektronen-Rastermikroskop // *Zeitschrift für Physik*. 1938. Vol. 109(9). P. 553-572.
113. Kruth, J.P., M. Bartscher, S. Carmignato, R. Schmitt, L. De Chiffre, and A. Weckenmann. Computed tomography for dimensional metrology // *CIRP Annals - Manufacturing Technology*. 2011. Vol. 60(2). P. 821-842.
114. Спецификация рентгеновского томографа Y-Cheetah. Официальный сайт компании Yxlon [Электронный ресурс] // URL: <http://www.yxlon.com/Products/X-ray-systems/Y-Cheetah> (дата обращения: 17.09.2016).
115. Воксел. [Электронный ресурс] // Википедия : свободная энцикл. – Электрон. дан. – [Б. м.], 2016. – URL: Википедия - <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%92%D0%BE%D0%BA%D1%81%D0%B5%D0%BB> (дата обращения: 08.11.2016).
116. Boas, F.E. and D. Fleischmann. CT artifacts: causes and reduction techniques // *Imaging in Medicine*. 2012. Vol. 4(2). P. 229-240.
117. David, C., B. Nöhammer, H.H. Solak, and E. Ziegler. Differential x-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer // *Applied Physics Letters*. 2002. Vol. 81(17). P. 3287-3289.
118. Zanette, I., Zanette. Synchrotron X-ray grating interferometry for imaging and wavefront sensing // Université de Grenoble. 2011GREN058. 2011.
119. Koch, F.J., C. Detlefs, T.J. Schröter, D. Kunka, A. Last, and J. Mohr. Quantitative characterization of X-ray lenses from two fabrication techniques with grating interferometry // *Optics Express*. 2016. Vol. 24(9). P. 9168-9177.
120. Hecht, E. Optics // Addison-Wesley. 4th Edition. 2002.
121. Binnig, G., C.F. Quate, and C. Gerber. Atomic Force Microscope // *Physical Review Letters*. 1986. Vol. 56(9). P. 930-933.
122. Спецификация оптических профилометров MicroXAM. Официальный сайт компании KLA-Tencor [Электронный ресурс] // URL: <http://www.kla-tencor.com/surface-profilometry-and-metrology.html> (дата обращения: 17.09.2016).
123. Спецификация оптических профилометров KLA-Tencor MicroXAM. Материалы с сайта Корнельского Центра Материаловедения [Электронный ресурс] // <http://www.ccmr.cornell.edu/wp-content/uploads/sites/2/2015/11/MicroXam-specs.pdf> (дата обращения: 17.09.2016).
124. Спецификация 3Д лазерных конфокальных микроскопов Keyence VK. Официальный сайт компании Keyence [Электронный ресурс] // URL: <http://www.keyence.com/ss/products/microscope/vkx/> (дата обращения: 17.09.2016).
125. Shirk, M.D., P.A. Molian, and A.P. Malshe. Ultrashort pulsed laser ablation of diamond // *Journal of Laser Applications*. 1998. Vol. 10(2). P. 64-70.
126. Church, E.L. Specification of glancing- and normal-incidence x-ray mirrors [also Erratum 34(11)3348(Nov1995)] // *Optical Engineering*. 1995. Vol. 34(2). P. 353.
127. Terentyev, S., V. Blank, S. Polyakov, S. Zholudev, A. Snigirev, M. Polikarpov, T. Kolodziej, J. Qian, H. Zhou, and Y. Shvyd'ko. Parabolic single-crystal diamond lenses for coherent x-ray imaging // *Applied Physics Letters*. 2015. Vol. 107(11). P. 111108.

128. Schroer, C.G., J. Meyer, M. Kuhlmann, B. Benner, T.F. Günzler, B. Lengeler, C. Rau, T. Weitkamp, A. Snigirev, and I. Snigireva. Nanotomography based on hard x-ray microscopy with refractive lenses // *Applied Physics Letters*. 2002. Vol. 81(8). P. 1527.
129. Snigireva, I. and A. Snigirev. High Resolution Higher Energy X-ray Microscope for Mesoscopic Materials // *Journal of Physics: Conference Series*. 2013. Vol. 463(1). P. 012044.
130. Конденсор. [Электронный ресурс] // Википедия : свободная энцикл. – Электрон. дан. – [Б. м.], 2016. – URL: Википедия - <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9A%D0%BE%D0%BD%D0%B4%D0%B5%D0%BD%D1%81%D0%BE%D1%80> (дата обращения: 08.11.2016).
131. Ozkan, A.M., A.P. Malshe, and W.D. Brown. Sequential multiple-laser-assisted polishing of free-standing CVD diamond substrates // *Diamond and Related Materials*. 1997. Vol. 6(12). P. 1789-1798.
132. Rothschild, M., C. Arnone, and D.J. Ehrlich. Excimer-laser etching of diamond and hard carbon films by direct writing and optical projection // *Journal of Vacuum Science & Technology B*. 1986. Vol. 4(1). P. 310-314.
133. Bowen, D.K. and B.K. Tanner. High resolution X-ray diffractometry and topography // Taylor & Francis. London, Bristol, PA. 1998.
134. Drakopoulos, M., Z.W. Hu, S. Kuznetsov, A. Snigirev, I. Snigireva, and P.A. Thomas. Quantitative x-ray Bragg diffraction topography of periodically domain-inverted LiNbO₃ // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 1999. Vol. 32(10A). P. A160.
135. Kuznetsov, S., I. Snigireva, A. Souvorov, and A. Snigirev. New Features of X-Ray Bragg Diffraction Topography with Coherent Illumination // *physica status solidi (a)*. 1999. Vol. 172(1). P. 3-13.
136. Chen, Y. and L. Zhang. Polishing of Diamond Materials. Mechanisms, Modeling and Implementation // Springer-Verlag London. 2013.
137. Zhao, T., D.F. Grogan, B.G. Bovard, and H.A. Macleod. Diamond film polishing with argon and oxygen ion beams // *Proceedings of SPIE*. 1990. Vol. 1325. P. 142-151.
138. Спецификация двухлучевых систем Zeiss Crossbeam 540. Официальный сайт компании Zeiss [Электронный ресурс] // <http://www.zeiss.com/microscopy/int/products/fib-sem-instruments/crossbeam.html> (дата обращения: 17.09.2016).
139. Toyoda, N., N. Hagiwara, J. Matsuo, and I. Yamada. Surface treatment of diamond films with Ar and O₂ cluster ion beams // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 1999. Vol. 148(1–4). P. 639-644.
140. Chen, D., J. Dong, X. Zhang, P. Quan, Y. Liang, T. Hu, J. Liu, X. Wu, Q. Zhang, and Y. Li. Suppression of Bragg reflection glitches of a single-crystal diamond anvil cell by a polycapillary half-lens in high-pressure XAFS spectroscopy // *Journal of Synchrotron Radiation*. 2013. Vol. 20(2). P. 243-248.
141. Cole, H., F.H. Chambers, and H.M. Dunn. Simultaneous diffraction. Indexing unwegane peaks in simple cases // *Acta Crystallographica*. 1962. Vol. 15(2). P. 138-144.
142. van Zuylen, P. and M.J. van der Hoek. Some Considerations On Glitches And The Design Of A Double Crystal Monochromator With Bent Crystals // *Proceedings of SPIE*. 1986. Vol. 0733. P. 248-252.
143. Van Der Laan, G. and B.T. Thole. Determination of glitches in soft X-ray monochromator crystals // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 1988. Vol. 263(2–3). P. 515-521.
144. Bonse, U., G. Materlik, and W. Schroder. Perfect-crystal monochromators for synchrotron X-radiation // *Journal of Applied Crystallography*. 1976. Vol. 9(3). P. 223-230.
145. Hou, Z. Ray tracing study for a detuned nondispersed double crystal monochromator // *Review of Scientific Instruments*. 2005. Vol. 76(1). P. 013305.
146. Hastings, J.B., B.M. Kincaid, and P. Eisenberger. A separated function focusing monochromator system for synchrotron radiation // *Nuclear Instruments and Methods*. 1978. Vol. 152(1). P. 167-171.

147. Lamble, G.M. Design and operation of a UHV double-bounce harmonic rejection mirror for XAFS studies // *Review of Scientific Instruments*. 1995. Vol. 66(2). P. 14-22.
148. Latimer, M.J., A. Rompel, J.H. Underwood, V.K. Yachandra, and M.P. Klein. A SIMPLE IN-HUTCH MIRROR ASSEMBLY FOR X-RAY HARMONIC SUPPRESSION // *Review of Scientific Instruments*. 1995. Vol. 66(2). P. 1843-1845.
149. Lingham, M., E. Ziegler, E. Luken, P.W. Loeffen, S. Muellender, and J. Goulon. Double multilayer monochromator for harmonic rejection in the 5-60-keV range // *Proceedings of SPIE*. 1996. Vol. 2805. P. 158-168.
150. Karanfil, C., D. Chapman, C.U. Segre, and G. Bunker. A device for selecting and rejecting X-ray harmonics in synchrotron radiation beams // *Journal of Synchrotron Radiation*. 2004. Vol. 11. P. 393-398.
151. Tanaka, T. and H. Kitamura. Simple scheme for harmonic suppression by undulator segmentation // *Journal of Synchrotron Radiation*. 2002. Vol. 9. P. 266-269.