

ОБРАТНОЕ РАССЕЯНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ (ДИФРАКЦИЯ НА УГОЛ БРЭГГА $\pi/2$)

© 2012 г. В. В. Лидер

Институт кристаллографии РАН, Москва
E-mail: lider@ns.crys.ras.ru

Поступила в редакцию 29.09.2011 г.

Рассмотрены возможности использования обратного рассеяния рентгеновских лучей в рентгеновской оптике и метрологии, а также для структурной характеристики кристаллических объектов разной степени совершенства.

ОГЛАВЛЕНИЕ

- Введение
1. Особенности обратного рассеяния рентгеновских лучей
 2. Экспериментальная реализация обратного рассеяния
 3. Высокора разрешающая рентгеновская оптика на основе обратного рассеяния
 - 3.1. Монохроматоры
 - 3.2. Анализаторы
 - 3.3. Кристаллическая полость
 - 3.3.1. Кристаллическая полость для формирования когерентного пучка
 - 3.3.2. Кристаллическая полость для времяразрешающих экспериментов
 - 3.3.3. Кристаллическая полость для рентгеновского лазера на свободных электронах
 - 3.3.4. Рентгеновский резонатор Фабри–Перо
 - 3.3.4.1. Теория резонатора
 - 3.3.4.2. Реализация резонатора
 - 3.3.4.3. Возможности использования резонатора
 4. Материалы для монохроматоров и кристаллических зеркал
 5. Использование обратного рассеяния для структурной характеристики кристаллов
 - 5.1. Прецизионное определение параметров кристаллической решетки и длин волн источников γ -излучения
 - 5.2. Использование ОР для исследования несовершенных (мозаичных) кристаллов
- Заключение

ВВЕДЕНИЕ

Из динамической теории рассеяния рентгеновских лучей (РЛ) [1, 2] известно, что ширина кривой дифракционного отражения (КДО) РЛ от совершенного кристалла дается формулой

$$\omega = 2C|\chi_{hr}|/b^{1/2}\sin 2\theta. \quad (1)$$

Здесь θ – угол Брэгга, χ_{hr} – реальная часть фурье-компоненты поляризуемости кристалла, поляризационный множитель $C = 1$ для компонент волнового поля, поляризованных перпендикулярно плоскости рассеяния (σ -поляризация) и $C = \cos 2\theta$ для компонент, поляризованных в этой плоскости (π -поляризация); $b = \gamma_i/\gamma_e$ – коэффициент асимметрии брэгговского отражения, γ_i, γ_e – направляющие косинусы падающих и дифрагированных РЛ соответственно, ($\gamma_i = \sin(\theta - \varphi)$, $\gamma_e = \sin(\theta + \varphi)$, φ – угол наклона отражающих плоскостей к поверхности кристалла, который может быть как положительным, так и отрицательным; в геометрии Брэгга $|\varphi| < \theta$, а в случае Лауэ $|\varphi| > \theta$).

Поскольку $\chi_{hr} \leq 10^{-5}$, дифракция РЛ происходит в очень узком угловом интервале, не превышающем нескольких угловых секунд. Этот факт, а также зависимость ширины КДО от коэффициента асимметрии широко используются для создания многокомпонентных рентгенооптических систем для формирования рентгеновских пучков (с использованием как лабораторных источников излучения, так и синхротронного излучения (СИ)) с заданными параметрами [3, 4]. Один из основных параметров – спектральная расходимость пучка. Известны многокристалльные схемы монохроматоров, использующие антипараллельную геометрию дифракции [3, 5] хотя бы двух оптических элементов и обеспечивающие полосу пропускания, равную нескольким миевэлектронвольтам [4–6]. Такая высокая степень монохроматичности пучка необходима, например, для проведения экспериментов по неупругому [6] и ядерному резонансному рассеянию [7]. Однако применяемая дисперсионная схема дифракции приводит к значительной потере интенсивности рентгеновского пучка на выходе монохроматора, что может усложнить проведение эксперимента.

Обратное рассеяние (ОР) впервые было рассмотрено с точки зрения динамической теории

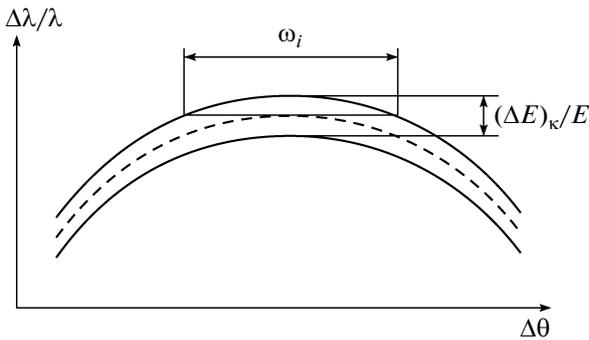


Рис. 1. Диаграмма ДюМонда для области $\theta \approx \pi/2$; ω_i – приемный угол кристалла [23].

дифракции РЛ на совершенном кристалле Корой и Матсушито в 1972 г. [8]. В работе отмечались две интересные особенности ОР: при приближении брэгговского угла к 90° спектральная полоса пропускания кристалла резко уменьшается, в то время как его КДО резко увеличивается. Таким образом, открылась возможность создать на основе ОР рентгеновую светосильную оптику с высоким энергетическим разрешением. В 80-х гг. наблюдался резкий всплеск интереса к ОР [9–16]. В дальнейшем появилось большое количество публикаций, посвященных использованию обратного рассеяния РЛ в рентгеновской оптике высокого разрешения, метрологии, а также для структурной характеристики различных кристаллических объектов. Работы по теории ОР и резонаторов Фабри–Перо, экспериментальному использованию монохроматоров и сферических анализаторов, прецизионному определению параметров кристаллической решетки и длин волн нескольких источников γ -излучения рассмотрены в книге Ю.В. Швидько [5], и его диссертации [17]. Исследования приповерхностной области кристаллов с помощью метода стоячих рентгеновских волн (СРВ) [18] в геометрии ОР объединены Д.П. Вудруффом в обзорах [19, 20].

Цель настоящей работы – попытка описания различных возможностей использования обратного рассеяния РЛ, основываясь как на [5, 17], так и на публикациях, в них не вошедших и появившихся после 2004 г.

1. ОСОБЕННОСТИ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

С учетом рефракции РЛ “традиционная” форма записи уравнения Вульфа–Брэгга ($\lambda = 2d\sin\theta$, где λ – длина волны РЛ, d – межплоскостное расстояние кристалла) изменится

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

где $w = -\chi_{0r} (d/\lambda)^2 (1 + 1/b)$ (χ_{0r} – величина отрицательная).

Два параметра, характеризующие рентгенооптический кристаллический элемент, – энергетическое (спектральное) разрешение $(\Delta E)_к/E$ и длина экстинкции Λ :

$$(\Delta E)_к/E = \omega \operatorname{ctg} \theta = C |\chi_{hr}| / b^{1/2} \sin^2 \theta, \quad (3)$$

$$\Lambda = \lambda (\gamma_i \gamma_e)^{1/2} / |\chi_{hr}|. \quad (4)$$

Для ОР $\theta \approx \pi/2$, следовательно, $C \approx 1$, $b \approx 1$, $(\gamma_i \gamma_e)^{1/2} \approx \cos \varphi$. Тогда (2)–(4) примут вид:

$$\lambda(1 + w) \approx 2d(1 - \varepsilon^2/2), \quad (5)$$

$$(\Delta E)_к/E \approx |\chi_{hr}|, \quad (6)$$

$$\Lambda = \lambda \cos \varphi / |\chi_{hr}|, \quad (7)$$

где ε – половинный угол между падающим и дифрагированным рентгеновскими пучками: $\varepsilon = \pi/2 - \theta$.

Комбинируя (6) и (7) и полагая, что $\lambda \approx 2d$, получим:

$$(\Delta E)_к/E \approx d/\pi\Lambda = 1/\pi N_d, \quad (8)$$

где N_d – количество отражающих плоскостей, “укладывающихся” в экстинкционную длину.

Таким образом, энергетическое разрешение обратно пропорционально эффективному количеству отражающих плоскостей, формирующих дифракционную картину. Поскольку наличие в кристалле градиента деформации приводит к уменьшению длины экстинкции [21, 22], то по величине отклонения энергетического разрешения от его табличного (теоретического) значения можно судить о степени несовершенства кристалла.

С увеличением энергии РЛ экстинкционная длина возрастает, и, как следствие этого, энергетическое разрешение уменьшается. Для $E \approx 14$ кэВ длина экстинкции составляет 10–100 мкм, поэтому $(\Delta E)_к/E \approx 10^{-6} - 10^{-7}$, что соответствует $(\Delta E)_к \approx 1 - 10$ мэВ (табл. 1).

Выражение для приемного угла (ширины КДО) можно получить с помощью (5), (6) и рис. 1:

$$\omega_i = 2(|\chi_{hr}|)^{1/2}. \quad (9)$$

(Строгий вывод (9) на основе динамической теории рассеяния РЛ можно найти в [5, 10, 15, 17]).

В [12] по экспериментальному наблюдению обратного рассеяния РЛ для рефлекса (620) кристалла германия и излучения $\text{CoK}_{\alpha 1}$ измеренная ширина КДО равнялась 35 угл. мин, что примерно на 3 порядка превышает величину ω_i для $\theta < \pi/2$. Формулы (6), (9) справедливы при отклонении угла Брэгга от 90° на величину, не превышающую $(2|\chi_{hr}|)^{1/2}$ [5, 17] или даже $(|\chi_{hr}|)^{1/2}$ [23], т.е. равную сотым долям градуса.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

Малое угловое расстояние между первичным и дифрагированным пучками создает проблему регистрации последнего, поскольку его траектория

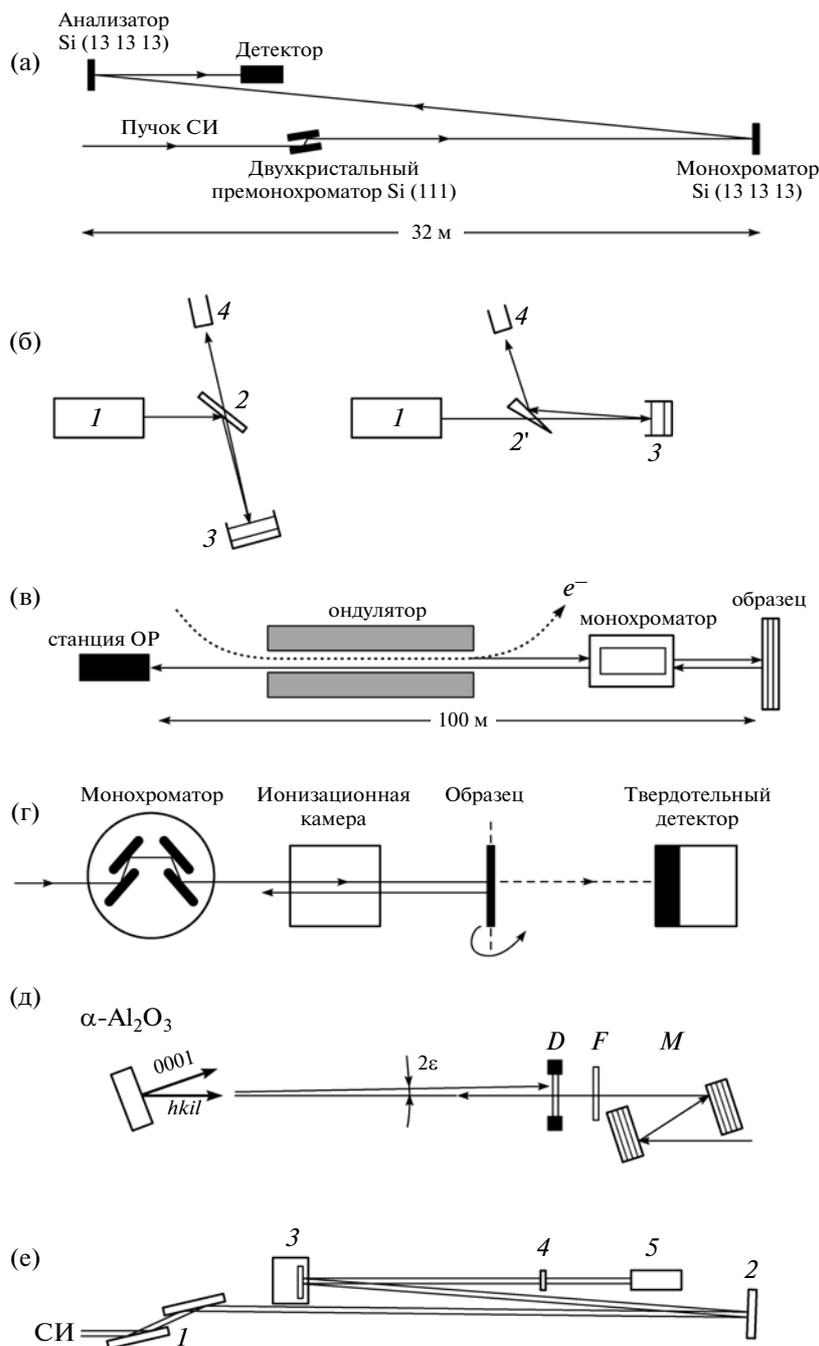


Рис. 2. Схемы экспериментальных станций для изучения ОП (а, в, г), определения параметра решетки Ge (б) и сапфира (д), изучения волнового поля СВВ в условии ОП (е), использующие различные способы регистрации ОП; б: 1 – премонохроматор, 2 – плоскопараллельный дефлектор, 2' – клиновидный дефлектор, 3 – термостатируемый образец, 4 – детектор; д: М – премонохроматор, F – фольга Fe⁵⁷, D – прозрачный времяразрешающий детектор; е: 1 – премонохроматор, 2 – первый кристаллический отражатель, 3 – второй (термостатируемый) отражатель, являющийся одновременно анализатором и CCD-детектором, 4 – фотопленка, 5 – детектор. Для наглядности первичный и рассеянный пучки разнесены (в, г).

может быть перекрыта источником рентгеновского излучения (предварительным монохроматором) или детектором. Существует несколько способов решения проблемы.

Первый состоит в увеличении расстояния между узлами экспериментальной станции (например, между оптическим элементом, обеспе-

чивающим обратное рассеяние РЛ, и детектором). Одна из подобных станций Европейского синхротронного центра (ESRF) описана в [24]. Благодаря большому расстоянию между предварительным монохроматором Si (111) и монохроматором Si(13 13 13) (рис. 2а) удалось получить для $E = 25.7$ кэВ угол Брэгга, равный 89.98° .

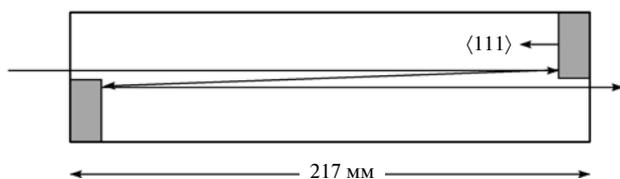


Рис. 3. Ход лучей в монокристаллическом монохроматоре. При расстоянии между плечами монохроматора 197 мм, для рефлекса Si(777) и $E = 13.84$ кэВ предельный угол Брэгга равняется 89.9° [45].

Для лабораторных экспериментальных установок увеличение расстояния между оптическими элементами часто сопряжено с трудностями. Поэтому другая возможность реализации обратного рассеяния РЛ – “развести” первичный и дифрагированный пучки. На левом рис. 2б приведена схема эксперимента по определению параметра решетки германия [13]. Здесь дефлектор 2, представляющий собой тонкую плоскопараллельную кристаллическую пластину, отражает предварительно монохроматизированный рентгеновский пучок на образец 3, но при $2\varepsilon > \omega_{\text{деф}}$ ($\omega_{\text{деф}}$ – приемный угол дефлектора) оказывается прозрачным для дифрагированного пучка. При этом для детектора 4 область углов $2\varepsilon \leq \omega_{\text{деф}}$ является “мертвой зоной”. Для того чтобы рассеянные РЛ регистрировались детектором при $\varepsilon = 0$, в [25] предложено использовать в качестве дефлектора клиновидный кристалл 2’ (правая часть рис. 2б). Тогда из-за поправки на рефракцию РЛ брэгговские углы для разных сторон дефлектора (который в данной схеме может служить также анализатором), согласно (2), будут различны. Поэтому при выполнении определенных условий [25] падающий на дефлектор пучок будет вне области отражения, а пучок, дифрагированный на образце 3, попадет в эту область.

Заметим, что для сохранения большой угловой расходимости ОР клиновидный кристалл следует заменить зеркалом полного внешнего отражения РЛ (рис. 6).

Один из способов наблюдения всей области обратного рассеяния РЛ без привлечения полупрозрачного дефлектора – применение прозрачного источника излучения или прозрачного детектора. В первом случае могут использоваться встраиваемые в накопительное кольцо синхротрона специальные приспособления для улучшения параметров СИ – ондулятор или вигглер [26]. Впервые на такую возможность обратили внимание авторы [11, 27]. Экспериментальное осуществление идеи состоялось в 2000 г. на источнике СИ Национальной лаборатории аргона (США) [17]. Источником излучения являлся ондулятор (рис. 2в). Пучок СИ проходил двухкристалльный монохроматор и попадал на кристалл $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. После ОР пучок, проследовав обратно через мо-

нохроматор и ондулятор, исследовался станцией ОР.

Другая возможность регистрации пучка, рассеянного под углом 180° , – это использование прозрачного детектора. Например, в [28, 29] применялась ионизационная камера. Однако здесь дифрагированный пучок наблюдался на фоне интенсивного первичного пучка (рис. 2г).

Для борьбы с этим недостатком авторы [30] применили в качестве детектора прозрачный полупроводниковый лавинный фотодиод (APD) [31, 32]. Используя импульсную структуру СИ и хорошее временное разрешение фотодиода, удастся разрешить падающий и отраженный сигналы. В метрологических экспериментах [33, 34] кремниевый лавинный детектор D толщиной 100 мкм и разрешением ~ 1 нс находился на расстоянии $L \sim 6$ м от кристалла сапфира (рис. 2д). Падающий на кристалл пучок отражался от него и попадал в детектор через $2L/c = 40$ нс (c – скорость света), что позволило надежно разделить первичный и отраженный импульсы.

В [35, 36] для формирования СВВ применялись два кремниевых отражателя, расположенных в геометрии бездисперсионной дифракции ($\theta \approx \pi/2$), причем второй отражатель являлся CCD-детектором (рис. 2е). Поэтому благодаря “самодетектированию” [37, 38] отпадает необходимость в разделении падающего на второй отражатель и рассеянного им пучков. Поскольку CCD-детектор является также анализатором, появляется возможность получения фазового контраста [39, 40] образца, помещенного в пучок, дифрагированный на первом отражателе.

Отметим, что кремниевый PIN-фотодиод [41] в отличие от CCD-детектора дает обращенное (“негативное”) изображение [37], как если бы регистрировался не отраженный, а прошедший пучок. Кстати, регистрация прошедшего излучения ОР, использованная в [28, 42–44], – еще одна возможность решения проблемы разделения первичного и дифрагированного пучков (рис. 2г).

Для формирования рентгеновского пучка с малой спектральной и большой угловой расходимостями с целью его “отстройки” от первичного пучка авторы [45] предложили использовать кремниевый монокристалльный монохроматор с пропилом, после двукратного ОР от плечей которого пучок распространялся в направлении первичного (рис. 3).

3. ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ ОПТИКА НА ОСНОВЕ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

3.1. Монохроматоры

Рентгенооптические элементы, использующие явление обратного рассеяния РЛ, находят

широкое применение в спектрометрах и экспериментальных станциях, специализирующихся на исследовании неупругого рассеяния (НР) РЛ, которое является мощным экспериментальным методом исследования динамики конденсированных сред и успешно применяется для решения ряда проблем, в том числе для изучения дисперсии фононов в твердых телах и жидкостях, динамики в неупорядоченных и биологических системах. Изучение явлений, связанных с валентностью, созданием электронно-дырочных пар или плазмонов, возможно с помощью рентгеновского спектрометра с разрешением 0.1–0.5 эВ. В таком спектрометре [46] в качестве монохроматоров могут быть использованы кристаллы достаточно хорошего структурного совершенства, так как для них $\Delta E/E \approx 10^{-4} - 10^{-5}$. Однако для исследования вибрационных мод в конденсированных средах или вибраций в магнитных кристаллах необходимы рентгеновские монохроматоры, обеспечивающие $(\Delta E)_к/E \leq 10^{-7}$.

При изучении динамики электронных и магнитных структур методом ядерного резонансного рассеяния (ЯРР) РЛ большое время жизни возбужденного состояния ядра ($\sim 10^{-11}$ с) для каналов упругого рассеяния требует обеспечения энергетического разрешения монохроматора $(\Delta E)_к/E \approx 10^{-7} - 10^{-8}$. В случае НР требование к высокоразрешающей оптике в основном продиктовано необходимостью защитить детектор и электронную систему спектрометра от перегрузок [5].

Величина $(\Delta E)_к/E$, как следует из (6), зависит только от свойств кристалла. Однако необходимо учитывать размер источника излучения, который создает дополнительную расходимость $\delta\Omega$, увеличивающую полосу пропускания монохроматора на величину $(\Delta E)_с/E$ [5]:

$$(\Delta E)_с/E = \delta\Omega\varepsilon, \quad \varepsilon > 0, \quad (10)$$

$$(\Delta E)_с/E = (\delta\Omega)^2/2, \quad \varepsilon = 0. \quad (11)$$

Видно, что при $\delta\Omega \approx 2 \times 10^{-5}$ – величине, типичной для современных источников СИ, геометрический фактор $(\Delta E)_с/E$ может ухудшить энергетическое разрешение монохроматора. Но картина резко меняется при точном выполнении условия ОР ($\theta = \pi/2$): геометрический фактор не внесет существенных изменений в разрешение монохроматора, даже если $(\Delta E)_к/E = 10^{-9}$ [5].

Другой возможный источник ухудшения энергетического разрешения монохроматора – его дефектность, которая зависит от качества обработки рабочей поверхности кристалла и его структурного несовершенства. Ясно, что требование к степени совершенства кристалла, служащего материалом для изготовления монохроматора, диктуется энергетическим разрешением, необходимым для проведения конкретного эксперимента. Например, для обеспечения разрешения $(\Delta E)_к/E =$

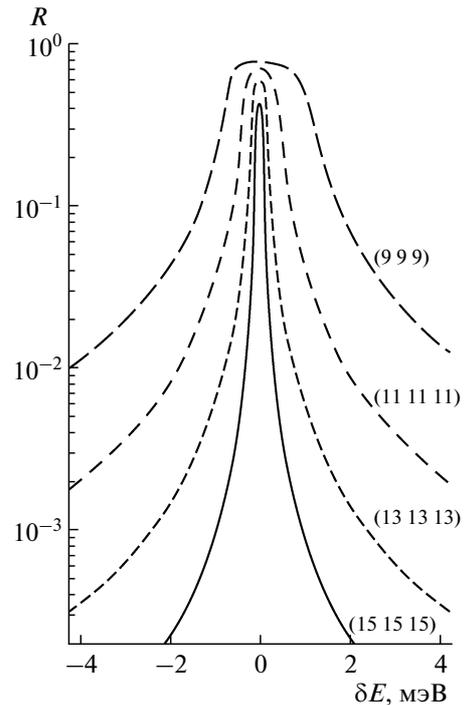


Рис. 4. Энергетическая зависимость отражательной способности R полубесконечного кристалла кремния в геометрии ОР для рефлексов (hhh) , рассчитанная в приближении двухволновой дифракции.

$= 10^{-7}$ изменение межплоскостного расстояния в области засветки пучком монохроматора должно удовлетворять условию $\Delta d/d \leq 10^{-7}$. На сегодняшний день достаточно совершенными кристаллами можно считать только кристаллы кремния и германия.

На рис. 4 показана рассчитанная с помощью динамической теории рассеяния РЛ энергетическая зависимость отражательной способности R кристалла кремния в геометрии ОР для рефлексов (hhh) , $h = 2n + 1$. С увеличением индексов Миллера улучшается разрешающая способность кристалла и уменьшается R с 0.74 (рефлекс (999)) до 0.42 (рефлекс (15 15 15)) [5] (табл. 1).

Для сохранения геометрии ОР ($\theta = \text{const}$) подстройка энергии пучка, направляемого на исследуемый образец, осуществляется изменением температуры монохроматора. При этом меняется параметр решетки и, следовательно, энергия рассеянного излучения. Например, для кремния коэффициент линейного расширения $\alpha = 2.58 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\Delta d/d = \alpha\Delta T$ (T – температура). Поэтому для обеспечения “энергетического” шага, равного 10^{-9} , необходимо обеспечить температурный контроль с точностью $\sim 0.5 \text{ мК}$ [47].

При осуществлении экспериментов с использованием ЯРР рентгеновских лучей в направлении вперед (рис. 5а) при измерении временных

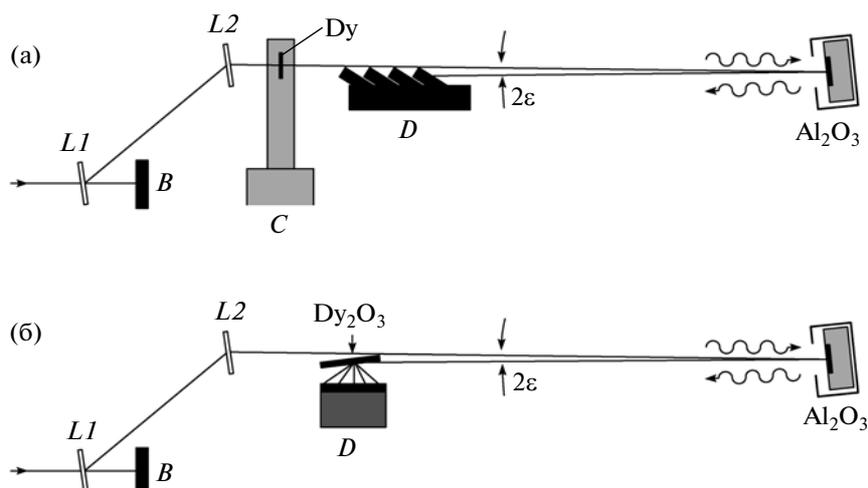


Рис. 5. Схемы экспериментов с использованием ЯРР рентгеновских лучей [5, 17]. Пучок СИ из ондулятора (на рисунке не показан) проходит через двухкристальный премонохроматор, состоящий из двух кристаллов алмаза $C(220)$ ($L1, L2$) и попадает на термостатируемый монохроматор ОР (кристалл сапфира, рефлекс $(3\ 2\ \bar{5}\ 52)$). Схема станции для ЯРР рентгеновских лучей (рассеяние вперед): C – криостат с образцом диспрозия, D – детектор (четыре APD-диода) (а); схема станции для неупругого ЯРР рентгеновских лучей: D – APD-диод (б).

спектров температура монохроматора соответствует энергии ядерного резонанса; при измерении спектров неупругого ЯРР рентгеновских лучей (рис. 5б) сканирование энергии рентгеновских квантов в области ядерного резонанса обеспечивается изменением температуры монохроматора.

Комбинация высокоразрешающих монохроматора и сферического анализатора образует основу оптической системы спектрометра, предназначенного для измерений НР рентгеновских лучей (рис. 6). Для обоих элементов предпочтительным является использование геометрии ОР, так как она одновременно обеспечивает малую энергетическую полосу пропускания и большой приемный угол брэгговского отражения. Второе обстоятельство важно как для монохроматора – оно обеспечивает выигрыш в интенсивности пучка на его выходе по сравнению с многокристалльными

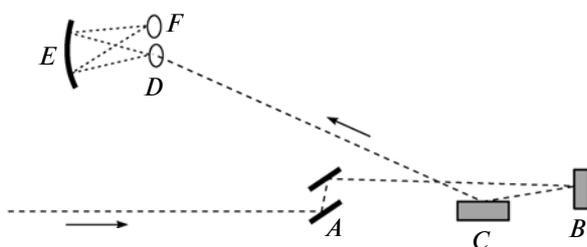


Рис. 6. Схема эксперимента с использованием НР рентгеновских лучей на станции ID16 (ID28) ESRF [47–50]: A – премонохроматор, B – монохроматор ОР $Si(hhh)$, C – тороидальное зеркало, D – образец, E – анализатор, F – детектор.

схемами [4, 5], так и для анализатора, поскольку для последнего важно иметь возможность собрать и направить в детектор как можно больше РЛ, рассеянных исследуемым образцом.

Энергетическое сканирование осуществляется изменением температуры монохроматора, в то время как температура анализатора сохраняется фиксированной.

3.2. Анализаторы

Как и монохроматор, анализатор является рентгенооптическим элементом, необходимым для проведения экспериментов по неупругому рентгеновскому рассеянию. Оптимальный случай, когда оба эти элемента имеют примерно равные полосы пропускания, меньшие (иногда значительно меньшие) 1–5 мэВ. Но в отличие от монохроматора анализатор должен иметь угол раствора приемного конуса не менее 5 мкрад. Для этого можно использовать обратную брэгговскую дифракцию от сферически изогнутой кристаллической пластины. Геометрия Иоханна [3], при которой радиус изгиба анализатора равен диаметру круга Роуланда, позволяет осуществлять одновременную фокусировку и энергетический анализ излучения, генерируемого исследуемым образцом.

Однако изгиб кристалла приводит к возникновению упругих напряжений, ухудшающих энергетическое разрешение $\Delta E/E$ анализатора [51]:

$$\Delta E/E = (t/r) |\operatorname{ctg}^2 \theta - \nu|. \quad (12)$$

Здесь t – толщина кристалла, r – его радиус изгиба, ν – коэффициент Пуассона.

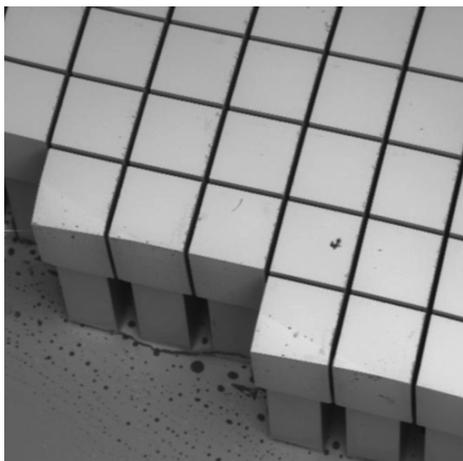


Рис. 7. Кремниевые сегменты анализатора на стеклянной подложке. Площадь сегмента 1 мм^2 , высота – 4 мм [61].

Для преодоления указанного недостатка в [52, 53] предложено использовать асимметричные рефлексы и асферический изгиб кристалла-анализатора. Однако это не избавляет от деформации, вызванной возможным короблением пластины при ее жестком соединении с подложкой [54].

Другой способ улучшения энергетического разрешения анализатора заключается в разделении с помощью распиловки пластины на малые квадратные сегменты, оставляя при этом тонкое соединительное основание [55]. Таким образом авторы [56] добились разрешения в 10 мэВ при площади сегментов в 1 мм^2 , используя обратную дифракцию от кремниевых отражающих плоскостей (777) и энергию квантов 13.8 кэВ .

Для полного избавления от упругой деформации кристалла-анализатора в [57] предложена процедура размещения большого количества (~ 12000) идеальных кристаллитов малого размера, вырезанных из одной кристаллической пластины кремния, на изогнутой по сфере подложке (рис. 7). При радиусе изгиба кремниевое анализатора в 6.5 м было получено энергетическое разрешение $\Delta E = 3.2 \text{ мэВ}$ для энергии квантов 17.8 кэВ и рефлекса (999), а $\Delta E = 1.0 \text{ мэВ}$ – для $E = 25.7 \text{ кэВ}$ и рефлекса (13 13 13) [58]. Серия работ [46, 59–66] посвящена дальнейшему совершенствованию производства и использования сферических анализаторов ОР.

С применением сферического анализатора, входящего в состав спектрометра неупругого рассеяния РЛ, были осуществлены эксперименты по изучению распространения волн звукового диапазона в жидкостях [47, 48, 67–69], жидких металлах [70, 71], стекле [72], твердых телах под давлением [73], дисперсионных взаимодействий фононов [50, 74–77], а также в других областях физики конденсированных сред [78].

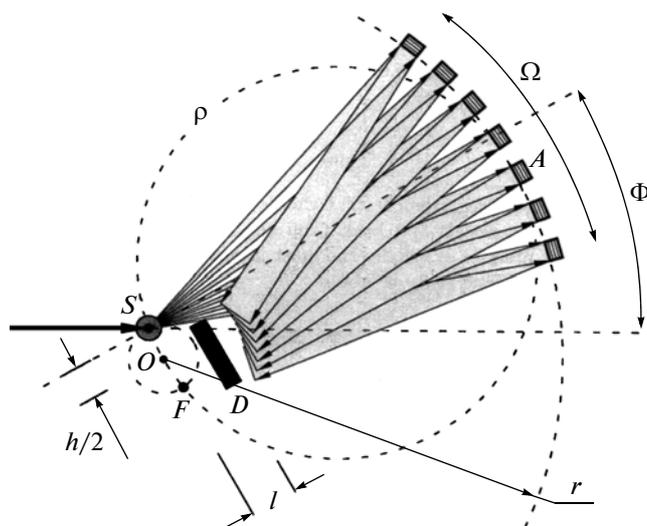


Рис. 8. Оптическая схема сферического кристаллического анализатора. A – двумерный ряд плоских кристаллитов на сфере радиуса r ; l – расстояние между детектором D и фокусом F , h – расстояние между фокусом и источником рассеянного излучения (образцом) S , Φ – угол рассеяния, Ω – приемный угол анализатора. Точки S , F и центральный сегмент анализатора лежат на круге Роуланда ρ [5].

Сегментная структура анализатора позволяет избавиться от вклада в энергетическое разрешение, вносимого его упругой деформацией, но теперь приращение в энергетическое разрешение дает конечный размер стороны кристаллита c [62, 79]:

$$(\Delta E)_{\text{геом}} = E(c/r)\varepsilon = Ech/2r^2, \quad (13)$$

где $(\Delta E)_{\text{геом}}$ – геометрическое разрешение, h – расстояние между образцом и детектором (рис. 8), r – расстояние между образцом (источником излучения) и анализатором, равное радиусу изгиба последнего.

Суммируя требования к анализатору, авторы [5, 62] пришли к выводу, что для выполнения условия $(\Delta E/E)_{\text{геом}} \leq 1 \text{ мэВ}$ в качестве его сегментов следует использовать кристаллиты, площадь которых не превышает 1 мм^2 , а толщина на порядок больше длины экстинкции (при толщине $\geq 2\pi\Lambda$ можно рассчитывать на получение КДО, не искаженной толщинными осцилляциями [1]).

С учетом размера источника излучения σ (т.е. размера первичного рентгеновского пучка) (13) преобразуется в

$$(\Delta E)_{\text{геом}} = E(c^2 + \sigma^2)^{1/2}h/2r^2. \quad (14)$$

Для случая $\theta \neq \pi/2$ минимизировать размерный эффект возможно путем уменьшения отражающей площади кристаллита или увеличения расстояния между образцом (являющимся источником исследуемого рентгеновского излучения) и анализатором. Но в первом случае часть рабочей поверхности анализатора будет потеряна в ре-

Таблица 1. Параметры кремниевого сферического анализатора

Рефлекс	E , кэВ	$2\pi\Lambda$, мм	$2\pi\Lambda\mu$	R	r , м	$(\Delta E)_k$, мэВ	ΔE , мэВ
(777)	13.839	0.25	0.83	0.81	2.39	5.13	10.26
(12 4 0)	14.438	0.19	0.50	0.87	2.22	6.21	12.42
(888)	15.816	0.31	0.62	0.85	2.76	4.42	8.82
(999)	17.793	0.63	0.90	0.76	4.35	1.99	3.98
(18 6 0)	21.657	1.25	1.02	0.78	6.11	1.23	2.46
(12 12 12)	23.724	1.70	1.07	0.75	7.36	0.79	1.58
(13 13 13)	25.701	3.80	1.91	0.61	12.1	0.37	0.74
(24 8 0)	28.876	5.30	1.94	0.61	15.5	0.255	0.51
(15 15 15)	29.655	8.80	3.00	0.46	20.2	0.153	0.30

Примечание. Величина энергетического разрешения ΔE определялась по формуле (6) для $(\Delta E)_k = (\Delta E)_{\text{геом}}$ и $(\Delta E)_{\text{деф}} = 0$, а радиус изгиба анализатора r по формуле (12) для $c = 1$, $h = 4.2$ мм [60, 62].

зультате механической и химической обработки; во втором случае приемный телесный угол анализатора уменьшится, что приведет к сокращению количества детектируемых рентгеновских квантов.

Кроме геометрической составляющей энергетического разрешения анализатора существует составляющая, вызванная смещением образца или детектора с круга Роуланда. Для полосы пропускания $\Delta\lambda/\lambda$ фокусирующего кристалла с радиусом кривизны r справедлива формула [80, 81]:

$$\Delta\lambda/\lambda = (L/2)(\gamma_i/p - \gamma_e/q) \operatorname{ctg} \theta, \quad (15)$$

где L – область фокусирующего кристалла, освещаемая рентгеновским пучком, p и q – соответственно расстояния “источник излучения – кристалл” и “кристалл–фокус”. Если $\gamma_i/p = \gamma_e/q$ (источник излучения, фокус и кристалл лежат на круге Роуланда), то $\Delta\lambda/\lambda = 0$.

Для случая ОР формула (15) примет вид $(\Delta E)_{\text{деф}} = E(L/2)|1/r - 1/(r-l)|\varepsilon \approx E\Omega h/l/r(r-l)$, (16) где $(\Delta E)_{\text{деф}}$ – вклад дефокусировки в энергетическое разрешение анализатора, $\Omega \approx L/r$ – приемный угол анализатора, l – расстояние между детектором и фокусом (рис. 8).

Таким образом, полное энергетическое разрешение анализатора ΔE выражается суммой

$$\Delta E = (\Delta E)_k + (\Delta E)_{\text{геом}} + (\Delta E)_{\text{деф}}, \quad (17)$$

где слагаемые $(\Delta E)_k$, $(\Delta E)_{\text{геом}}$ и $(\Delta E)_{\text{деф}}$ определяются формулами (6), (14) и (16) соответственно.

При условии $l \ll r$ возможно добиться уменьшения вклада дефокусировки до долей миллиэлектронвольта даже при достаточно большом приемном угле анализатора. Кроме этого, возможно отсечь с помощью установленной перед детектором щели “плохую” периферийную часть сфокусированных анализатором рентгеновских квантов. При этом дефокусировка может повлиять на эффективность анализатора, но не на его энергетическое разрешение.

Из табл. 1 видно, что с ростом индексов Миллера разрешение улучшается, но в то же время из-за худшего соотношения длины экстинкции Λ и линейного коэффициента поглощения μ уменьшается коэффициент отражения R .

3.3. Кристаллическая полость

Под кристаллической полостью будем понимать устройство, способное в результате последовательных отражений осуществлять циркуляцию РЛ по замкнутой траектории. К таким устройствам относятся, например, рентгеновские резонаторы различных конфигураций [82–84]. Простейшей геометрией резонатора является одномерная полость, состоящая из двух параллельных совершенных слабо поглощающих кристаллических пластин. Используя ОР на отражающих плоскостях, можно добиться многократного отражения РЛ поочередно от пластин резонатора, известного как резонатор Фабри–Перо [5] (рис. 12). Хотя резонанс в кристаллической полости имеет место при соблюдении жестких требований к когерентности первичного пучка [42, 43], начать рассмотрение возможностей полости имеет смысл с ее использования для формирования когерентного рентгеновского пучка.

3.3.1. Кристаллическая полость для формирования когерентного пучка

Когерентное рентгеновское излучение находит применение, в частности, для получения когерентного изображения фазовых объектов [85–87]. Различают поперечную когерентность ξ_r , зависящую в основном от геометрии эксперимента, и продольную когерентность ξ_l , определяемую параметрами пучка [88]:

$$\xi_r = \lambda L / \pi \sigma, \quad (18)$$

$$\xi_l = \lambda^2 / \pi \Delta \lambda = \lambda / \pi (\Delta E / E). \quad (19)$$

Здесь L – расстояние между источником и плоскостью наблюдения.

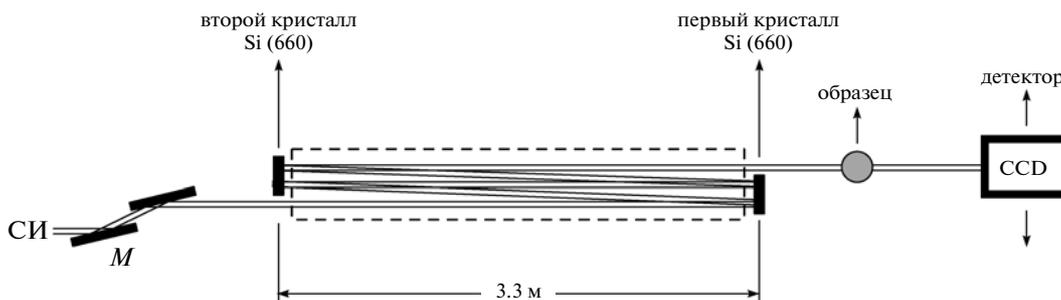


Рис. 9. Схема экспериментальной установки для получения когерентного изображения фазовых объектов с использованием кристаллической полости для увеличения эффективного расстояния между источником и образцом (*M* – премонохроматор).

Для некоторых методик [85, 88] важно, чтобы объем исследуемого образца не превосходил объем когерентности V_c (образец должен “купаться” в объеме когерентности):

$$V_c = \xi_l A_t = \pi \xi_l (\lambda L / \pi)^2 / \sigma_h \sigma_v = \pi L^2 (\lambda / \pi)^3 / (\Delta E / E) \sigma_h \sigma_v, \quad (20)$$

где A_t – область поперечной когерентности, σ_h и σ_v – размер источника в горизонтальной и вертикальной плоскости соответственно.

На современных центрах СИ расстояние между источником и экспериментальной станцией может составлять сотни метров (например, для станции ID19 ESRF $L = 145$ м [89, 90]), что позволяет использовать фазовый контраст для изучения конденсированных сред [88, 89] без использования дополнительных рентгенооптических элементов, увеличивающих поперечную когерентность пучка.

Исследуемый образец экспериментальной станции XRD2 Бразильской синхротронной лаборатории (LNLS) находился на расстоянии 19 м от источника СИ ($\sigma_v = 170$ мкм). Для формирования пучка с поперечной когерентностью, достаточной для получения фазового контраста образца, в [91] использовалась полость, состоящая из двух кремниевых кристаллов, находящихся в бездисперсионной схеме ОР на расстоянии 3.3 м друг от друга (рис. 9). Для рефлекса (660), $\theta = 89.56^\circ$ ($E = 9.684$ кэВ) и вертикального размера отражателей 130 мм в результате четырехкратного прохождения пучком полости удалось увеличить расстояние “источник–образец” на 13.2 м. При этом $\xi_l = 17$, $\xi_r \approx 20$ мкм за счет хорошего энергетического разрешения полости ($(\Delta E)_k / E \approx 2 \times 10^{-6}$).

3.3.2. Кристаллическая полость для времяразрешающих экспериментов

Временная структура и яркость современных источников СИ и лазера на свободных электронах (ЛСЭ) открывают новые возможности во времяразрешающей дифрактометрии и спектроско-

пии. При этом преобразование формы и длительности рентгеновских импульсов, генерируемых такими источниками, может стать необходимым условием проведения экспериментов по динамике фазовых переходов, прямому наблюдению когерентных фоонов, возникновению и разрушению химических связей, характеристике фундаментальных процессов молекулярной биологии, исследования распространения трещин в твердом теле и т.д.

Авторы [92, 93] исследовали временное распределение интенсивности излучения на выходе кристаллической полости, подвергнутой облучению коротким рентгеновским импульсом. Монолитная кремниевая полость состояла из пары вертикально расположенных стенок-отражателей, разделенных расстоянием 150 мм. Стенки имели форму клина, обеспечивающую изменение их эффективной толщины в интервале 50–500 мкм. Использовался рефлекс (888) при брэгговском угле 89.865° . При этом энергия рентгеновского пучка равнялась 15.817 кэВ, а энергетическое разрешение – 3.7 мэВ.

Временной отклик полости на импульс длительностью 100 пс представлен на рис. 10а. Ширина 500 пс (кривая *I*) соответствует отклику детектора на первичный импульс в отсутствие резонатора при $t = 0$. Временная картина с резонатором в положении брэгговской дифракции существенно отличается от первой кривой и представляет собой серию экспоненциально затухающих осцилляционных максимумов с периодом 1.0 нс. Максимумы соответствуют квантам, “задержанным” полостью при 1, 2, 3, ... N последовательных отражений от обеих стенок. Так как стенки для РЛ полупрозрачны, после каждого “двойного” акта ОР небольшая доля квантов “просачивается” сквозь выходную стенку полости и попадает на времяразрешающий детектор. Поскольку более толстые стенки обладают повышенной отражательной способностью (разд. 3.3.4.1.), для них максимумы с $N > 0$ менее интенсивны (рис. 10а). Способность полости “удерживать” кванты зависит

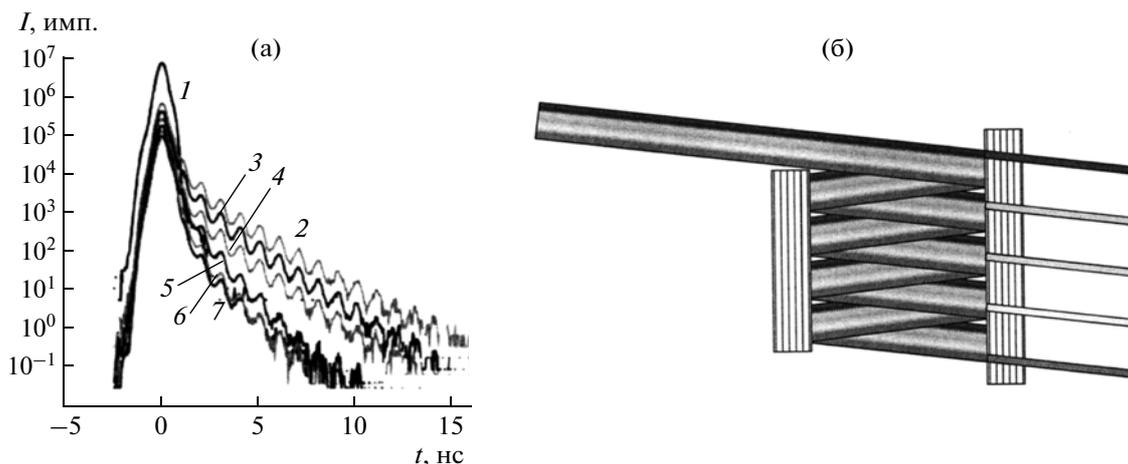


Рис. 10. Временное распределение интенсивности излучения на выходе кристаллической полости после ее облучения импульсом длительностью 100 пс; толщина стенок: 2 – 243, 3 – 292, 4 – 342, 5 – 388, 6 – 425, 7 – 456 мкм; 1 – первичный импульс [92, 93] (а). Схема линии задержки [93] (б).

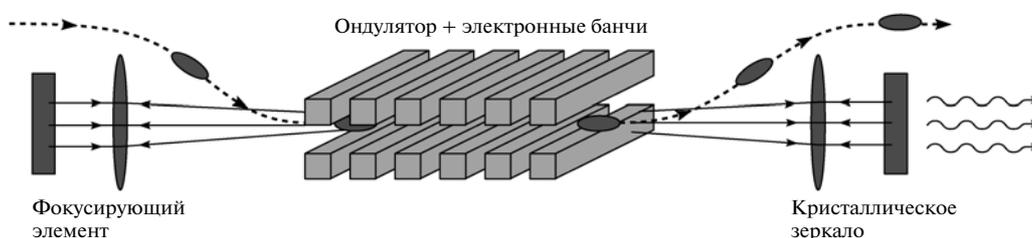


Рис. 11. Схема РЛСЭ, использующего кристаллическую полость как систему обратной связи.

от соотношения толщины отражателей и длины экстинкции материала полости. Для рефлекса Si(888) $\Lambda = 150$ мкм; полость с такой экстинкционной длиной должна обладать максимальным “накопительным” потенциалом и, следовательно, максимальным временем задержки.

Кроме этого, с увеличением N (т.е. с увеличением времени задержки) увеличивается количество актов ОР. В результате многократной свертки функций распределения квантов по энергии в полости “выживают” только кванты с энергиями, соответствующими точному условию брэгговского отражения, что приводит к сужению полосы пропускания полости.

В [94] изучался временной отклик полости, состоящей из двух кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ толщиной 50 мкм, установленных на расстоянии 50 мм друг от друга на специально сконструированный гониометр [5, 17]. Для рефлекса (0 0 0 30) и энергии импульса 14.315 кэВ длительностью 100 пс наблюдался цуг из ~ 30 осцилляционных пиков, разделенных интервалом ~ 0.34 нс. Подробный анализ способности кристаллической полости на временной отклик в зависимости от различных параметров эксперимента (толщины кристаллов, степени параллельности их отражающих плоскостей, разницы температур) можно найти в [5, 17].

Ясно, что кристаллическая полость может “видоизменять” рентгеновские импульсы различной длительности, например разбивать первичный импульс на ряд более коротких с заданным интервалом, определяемым размером полости. На рис. 10б показана полость с отверстиями в ее задней стенке, благодаря которым возможно разделение пучков с разной степенью задержки [93].

3.3.3. Кристаллическая полость для рентгеновского лазера на свободных электронах

Как известно [95], двумя наиболее значительными и принципиальными частями рентгеновского лазера на свободных электронах (РЛСЭ) являются усилитель и цепь обратной связи, возвращающей часть усиленного излучения на вход усилителя. Для обратной связи возможно использовать кристаллическую полость [96]. В РЛСЭ оптический импульс “захватывается” полостью, взаимодействует с электронным сгустком (банчем) в течение многократных проходов между кристаллическими отражателями, увеличивая с каждым проходом интенсивность излучения внутри полости, фильтруя спектр и улучшая когерентность излучения на ее выходе. В [97, 98] предлагается использовать ОР от двух совершенных кристаллов, находящихся в геометрии бездисперсионной дифракции (рис. 11).

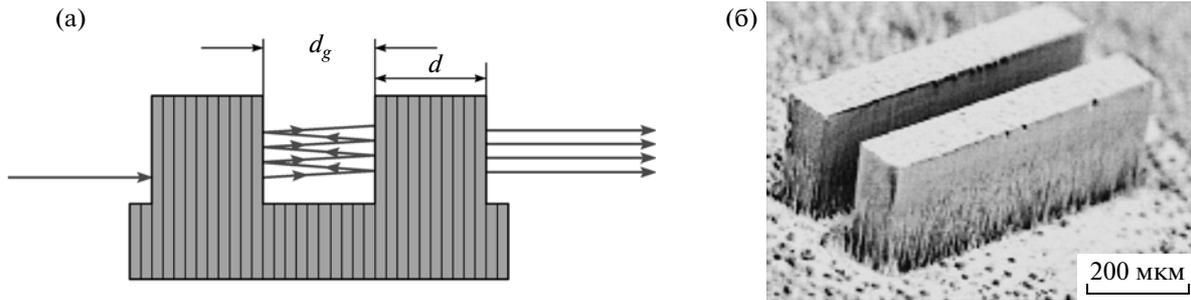


Рис. 12. Ход лучей в моноблочном РРФП: d_g – внутренний размер полости, d – толщина отражателя (а); изображение кремниевого РРФП в сканирующем электронном микроскопе, $d_g = d = 100$ мкм, высота отражателей 200 мкм, ширина – 800 мкм, направление нормали к подложке $\langle 001 \rangle$, направление нормали к поверхности отражателей $\langle 310 \rangle [104]$ (б).

3.3.4. Рентгеновский резонатор Фабри–Перо

3.3.4.1. Теория рентгеновского резонатора

Идея рентгеновского резонатора Фабри–Перо (РРФП) была высказана Штейерлом и Штайнхазером [99] в 1979 г. и заключалась в замене оптических зеркал зеркалами кристаллическими. В [100–102] на основе динамической теории дифракции развита теория рентгеновского интерферометра Фабри–Перо. Дальнейшее развитие теории РРФП с учетом возможных несовершенств (шероховатости рабочих поверхностей, непараллельности и неомогенности толщин зеркал, температурного градиента) получила в [103], а также достаточно полно изложена в [5, 17].

Внешнее рентгеновское излучение проникает в полость резонатора через первое кристаллическое зеркало и циркулирует внутри резонатора, отражаясь от кристаллических зеркал (рис. 12а). Система становится прозрачной несмотря на хорошую отражательную способность кристаллических зеркал, когда расстояние d_g между зеркалами равно четному количеству полупериодов излучения: в этом случае выполняется резонансное условие формирования стоячей рентгеновской волны в полости.

Энергетическое расстояние E_f между соседними резонансами называется свободным спектральным интервалом и является постоянной величиной, не зависящей от энергии первичного пучка (рис. 13):

$$E_f = \hbar c / 2L_g \tag{21}$$

Здесь \hbar – постоянная Планка, L_g – эффективное расстояние между зеркалами. Ширина резонансной фазы обратно пропорциональна добротности полости F :

$$\Delta\phi_A = 2\pi / F \tag{22}$$

Добротность полости определяется как отношение расстояния между резонансами и спектральной шириной резонанса Γ

$$F = 2\pi / \Delta\phi_A = E_f / \Gamma = \pi(R)^{1/2} / (1 - R) \tag{23}$$

В [5, 17] показано, что добротность отражает эффективное количество N_g многократных актов ОР, участвующих в формировании стоячей волны: $F = 2N_g$.

Формула (22) демонстрирует увеличение фазовой чувствительности РРФП за счет добротности полости. В отличие от двулучевых интерферометров (например, интерферометра Михельсона), для которых $F = 1$, благодаря многократной дифракции РРФП представляет собой устройство с $F \gg 1$: для зеркал с типичным значением $R = 0.85$ $F = 19.3$, а для $R = 0.9$ $F = 29.8$.

Высокая добротность полости также определяет очень узкую полосу пропускания $(\Delta E/E)_p$ РРФП:

$$(\Delta E/E)_p = \Gamma/E = d / FL_g = (FN_g)^{-1}, \tag{24}$$

где N_g – количество отражающих плоскостей, укладываемых в эффективное расстояние между зеркалами L_g . Поскольку РЛ при брэгговской дифракции проникают в кристалл на глубину экстинкции Λ , эффективное расстояние между зеркалами при $d > \Lambda$ будет определяться формулой $L_g = d_g + 2\Lambda$ [101].

Таким образом, РРФП по энергетическому разрешению значительно превосходит однократное брэгговское отражение: во-первых, $N_g \gg N_d$ (8), так как можно изготовить полость с зазором между зеркалами, значительно превышающим экстинкционную длину кристалла; во-вторых, благодаря многократной дифракции внутри полости $F \gg 1$.

Одним из способов увеличения добротности контура является правильный выбор толщины кристаллических отражателей.

Из рассмотрения рис. 14а, 14б следует вывод: для $d > \Lambda$ ширина “энергетической” КДО за счет толщинных осцилляций увеличена, а добротность полости уменьшена по сравнению с “толстым” кристаллом, для которого $d \gg \Lambda$ (рис. 14в). С другой стороны, при увеличении толщин кристаллических зеркал вступает в игру поглощение

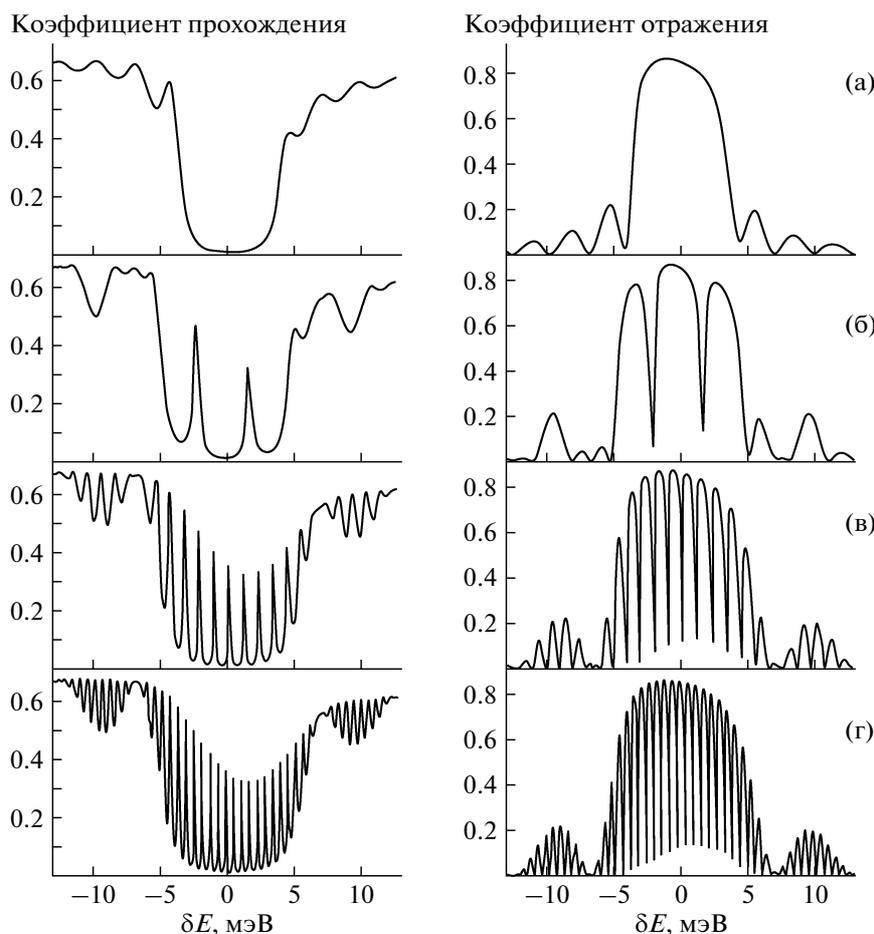


Рис. 13. Рассчитанные зависимости прошедшей и отраженной интенсивностей РЛ для РРФП с толщинами сапфировых зеркал $d = 50$ мкм при использовании рефлекса (0 0 0 30), $E = 14.3148$ кэВ и разных расстояний между зеркалами d_g : $d_g = 0.2$ (а), $d_g = 27.2$ (б), $d_g = 81.6$ (в), $d_g = 462.4$ мкм (г) [5, 17].

РЛ, что может вызвать значительное ослабление пучка на выходе РРФП. По-видимому, соотношение $d/\Lambda \sim 10$ следует считать оптимальным при изготовлении сферических анализаторов (разд. 3.2).

Возможность сделать резонанс более резким путем увеличения толщины отражателей показана на рис. 15. Здесь $\Gamma = 0.25$ мэВ при $d = 50$ мкм (а), $\Gamma = 0.115$ мэВ при $d = 75$ мкм, $\Gamma = 0.088$ мэВ при $d = 85$ мкм, $\Gamma = 0.072$ мэВ при $d = 100$ мкм. Однако улучшению энергетического разрешения сопутствует уменьшение интенсивности резонансного пика за счет поглощения РЛ. Конечно, возможно дальнейшее улучшение разрешения. Например, для $d = 125$ мкм $\Gamma = 0.048$ мэВ при максимальном коэффициенте прохождения 5% [5, 17].

Следует иметь в виду, что резонанс в кристаллической полости осуществляется только в случае, если для “встречных” пучков соблюдены условия как поперечной, так и продольной когерентности. Для источников СИ третьего поколения проблемы обеспечения необходимой попе-

речной когерентности не существует [104]. Поскольку для увеличения спектральной плотности излучения внутри резонатора следует обеспечить полное перекрытие волновых пакетов, отраженных от противоположных стенок полости, продольная когерентность должна удовлетворять условию

$$\xi_l \geq 2L_g. \quad (25)$$

3.3.4.2. Реализация рентгеновского резонатора

Условие (25) накладывает жесткие ограничения на параметры РРФП. Для $\lambda = 1$ Å при полосе пропускания монохроматора $\Delta E/E \sim 10^{-8}$ эффективный зазор между зеркалами должен быть порядка сотен микрометров. Если $\Delta E/E \sim 10^{-4}$, величина L_g (в данном случае $d < \Lambda$, поэтому $L_g = d_g + d$ [42]) должна составлять порядка нескольких десятков нанометров [43] (для “нанополостей” в качестве резонаторов, по-видимому, могут быть использованы полупроводниковые мультислои и сверхрешетки [43]). Ясно, что на-

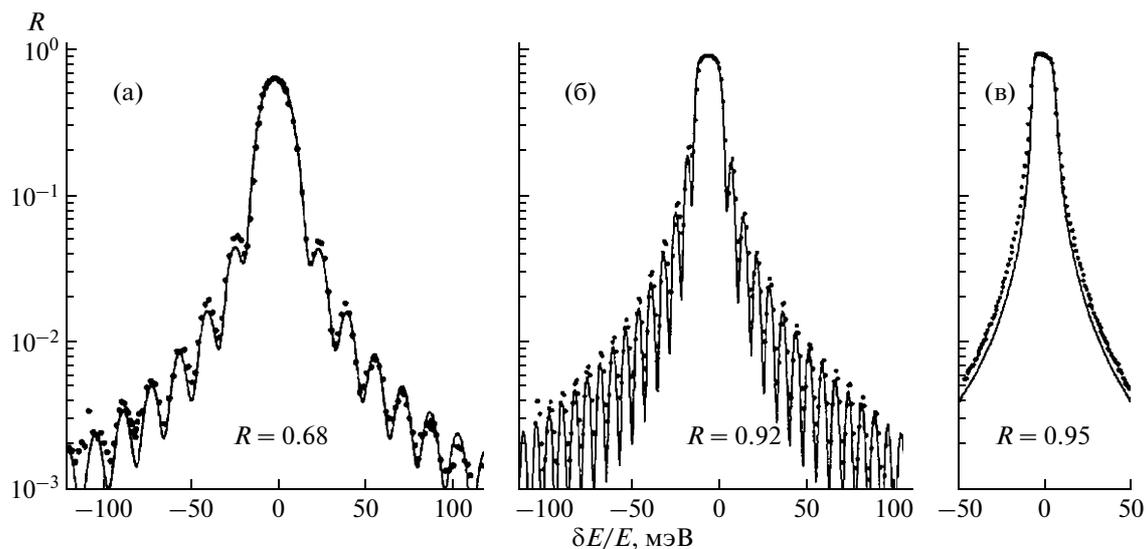


Рис. 14. Отражательная способность плоскопараллельной пластины сапфира различной толщины d : $d = 39$ (а), $d = 84$ (б), $d = 2.5$ мм (в). Рефлекс (0 0 0 30), $E = 14.315$ кэВ, $\Lambda = 16$ мкм. Сплошная кривая – расчет, точки – эксперимент [5, 17].

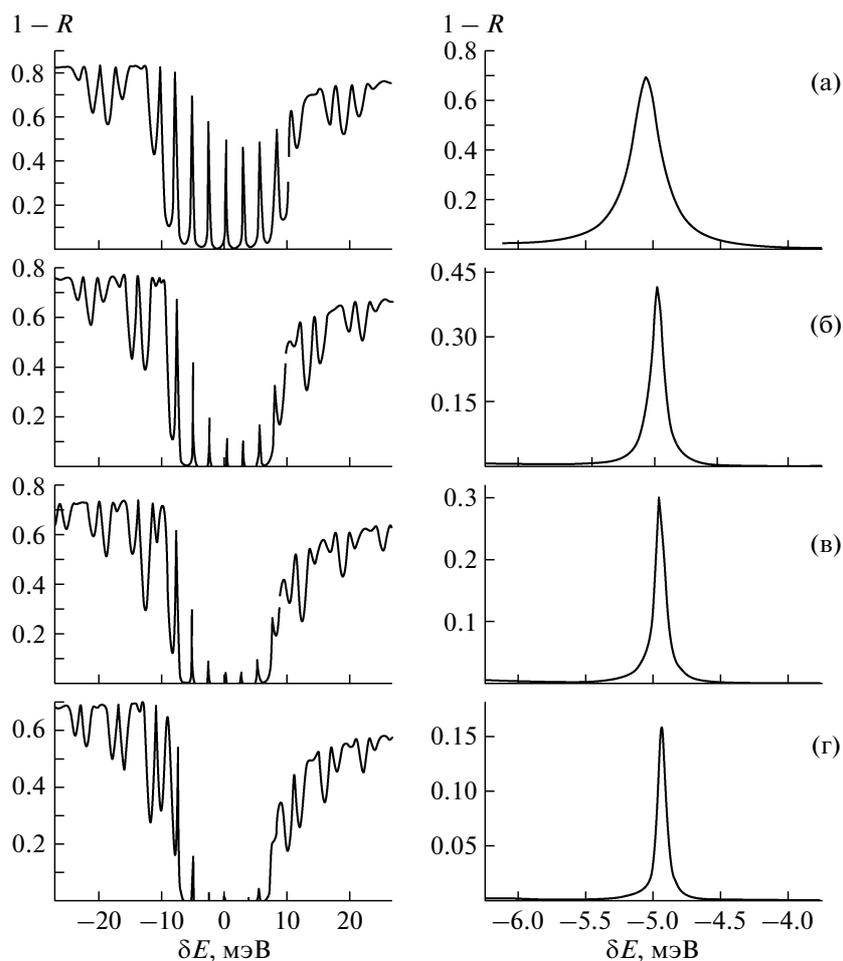


Рис. 15. Зависимость коэффициента прохождения от энергии для РРФП с размером зазора между кристаллами сапфира 200 мкм и различными их толщинами d : (а) $d = 50$ (а), $d = 75$ (б), $d = 85$ (в), $d = 100$ мкм (г). Рефлекс (0 0 0 30), $E = 14.3148$ кэВ, $\Lambda = 16$ мкм. Правая часть рисунка – фрагмент левой части с бóльшим разрешением [5, 17].

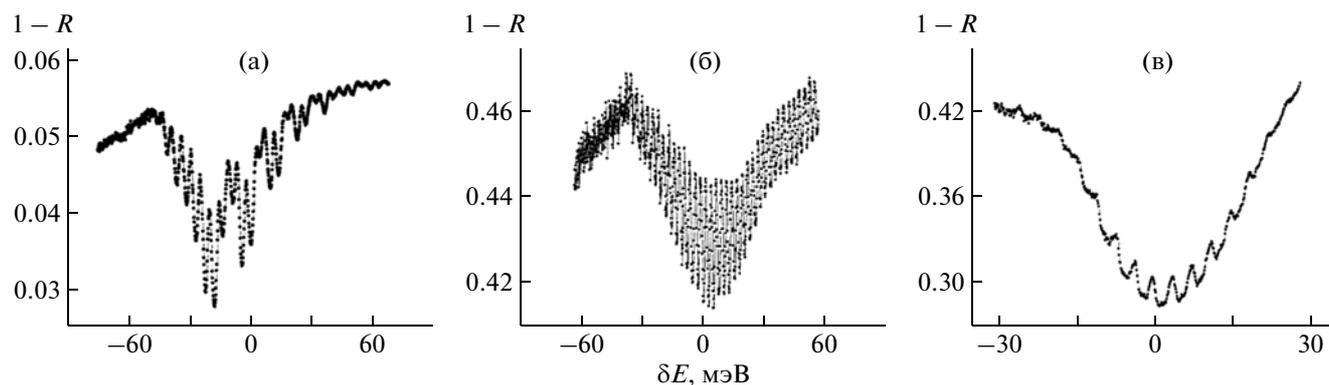


Рис. 16. Энергетические сканы с шагом 0.02 мэВ пучка на выходе РРФП для полостей с параметрами: $d_g = 100$, $d = 70$ (а), $d_g = 150$, $d = 100$ мкм (б), 8 отражателей с $d_g = 150$, $d = 25$ мкм (в) [104].

блюдение полостного резонанса сопряжено с определенными трудностями.

В пионерских экспериментах по реализации РРФП авторами [42, 43, 104] с помощью многокристального монохроматора сформирован рентгеновский пучок с относительным энергетическим разрешением 2.5×10^{-8} . Методом микроэлектронной литографии были изготовлены кремниевые полости с количеством отражателей от 2 до 8 размерами $d_g = 40\text{--}150$, $d = 25\text{--}100$ мкм. В экспериментах использовался симметричный рефлекс (12 4 0) и соответствующая режиму ОР энергия пучка 14.4388 кэВ. При этом $\xi_r = 1717$ мкм, следовательно, условие (25) соблюдено. На рис. 16 показаны профили сканирования в узкой энергетической области, соответствующей условию обратного рассеяния РЛ. Расстояния между резонансными осцилляциями для полостей, соответствующих рис. 16а–16в, равны 3.60, 2.51, 3.83 мэВ соответственно. Эти величины хорошо согласуются с вычисленными (3.65, 2.48, 3.54 мэВ). Однако для “малой” полости ($d_g = 100$, $d = 70$ мкм) полученное значение $F = 2.3$ значительно меньше ожидаемой величины $F = 4$, что, по-видимому, связано с несовершенством кристалла кремния или дефектами изготовления полости.

Авторы [105–107] восьми плоскопараллельным отражателям придали форму параболических рефракционных линз, в результате получилась составная фокусирующая линза [108] (рис. 17а), “отягощенная” эффектом ОР. Каждое отверстие в ней служит полостью РРФП, а пространство кристалла между отверстиями — рентгеновской рефракционной линзой. Тенденция РРФП сводится к созданию параллельного рентгеновского пучка, а тенденция линзы — к созданию сфокусированного (непараллельного) пучка. Конкуренция между дифракцией и рефракцией РЛ приводит к формированию квазипараллельного пучка с малым размером фокуса.

При точном выполнении условия ОР в кристаллах с кубической решеткой для большинства разрешенных рефлексов имеет место многоволновая дифракция [5, 109, 110]. В [102, 110–112] обнаружено, что многоволновая дифракция может значительно уменьшить интенсивность ОР. В рассматриваемой многокомпонентной полости использован рефлекс (12 4 0), для которого при ОР наблюдается 24-лучевая многоволновая дифракция [42, 43, 102, 110, 113]. Теоретические исследования, проведенные в [107] для РРФП с линзообразными полостями, показали, что дифракция обладает большей “способностью” к изменению траектории РЛ, чем рефракция. Динамический эффект ОР в основном зависит от возбуждения дисперсионной поверхности, соответствующей кристаллу с изогнутой поверхностью, и приводит к изменению направления вектора дифракции прошедшего пучка. Более того, при 24-лучевой многоволновой дифракции существуют дополнительные дисперсионные поверхности (в сумме 96) [113]. Следовательно, возникает дополнительная возможность фокусировки РЛ [106]. Эти теоретические соображения могут быть использованы при рассмотрении последовательного прохождения РЛ линзообразных полостей, результатом чего должно стать усиление эффекта фокусировки. При 24-лучевой дифракции в [107] наблюдалась фокусировка прошедшего пучка в пятно диаметром 6.2 мкм на расстоянии 356 мм от РРФП, в то время как в отсутствие дифракции минимальный размер пучка (9 мкм) соответствовал расстоянию 774 мм. Следовательно, реальный выигрыш фокусировки, зависящий от размера фокуса и фокусного расстояния [108], за счет дифракции больше, чем за счет рефракции (11 против 7.6). Поэтому следует считать перспективным использование фокусирующего РРФП для высоко разрешающей дифрактометрии, рентгеновской микроскопии и других прецизионных методов исследования конденсированных сред.

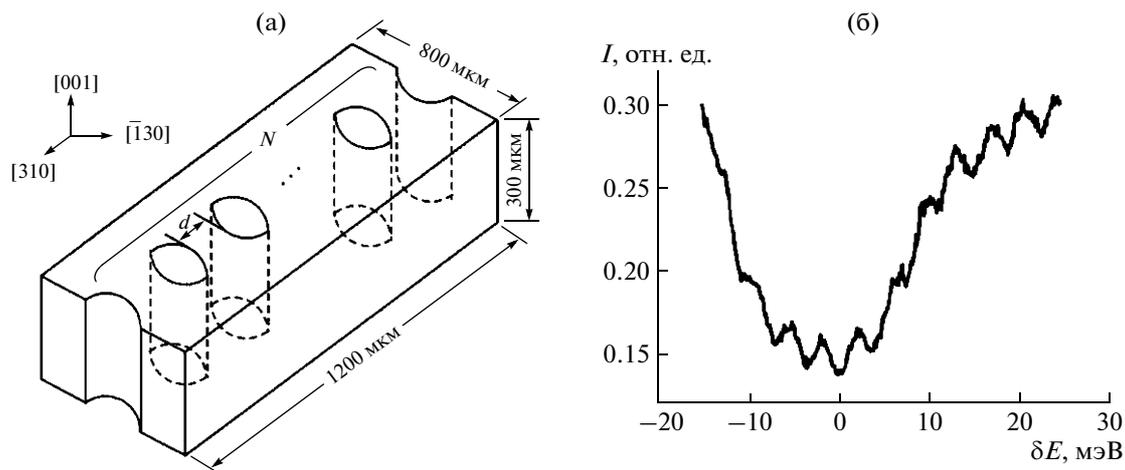


Рис. 17. Схема фокусирующего кремниевого РРФП, состоящего из линии параболических рефракционных линз: расстояние между полостями $d = 10$ мкм, радиус вершины параболы полости 40 мкм (а). Зависимость интенсивности на выходе фокусирующего РРФП от изменения энергии первичного пучка ($E = 14.4388$ кэВ, рефлекс Si (12 4 0)) в области ОР (б).

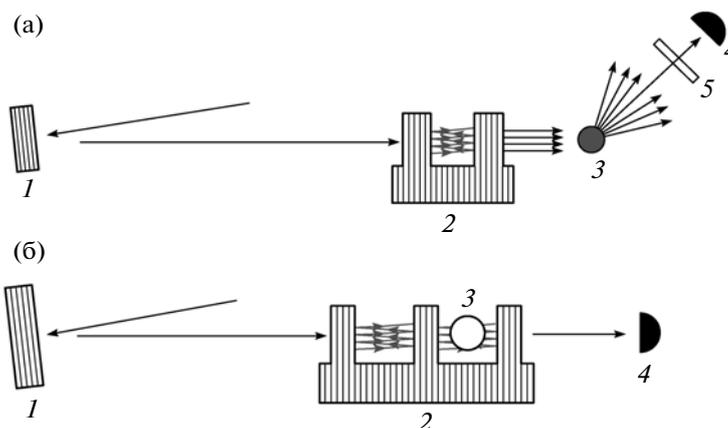


Рис. 18. Схемы экспериментов с использованием РРФП: для измерения спектров неупругого ЯРР рентгеновских лучей [5, 17] (а); для получения фазоконтрастного изображения исследуемого образца [17] (б); 1 – высокоразрешающий монохроматор ОР, 2 – РРФП, 3 – образец, 4 – детектор, 5 – анализатор ЯРР рентгеновских лучей [114].

3.3.4.3. Возможности использования рентгеновского резонатора

Одна из основных особенностей РРФП – узкая полоса пропускания, превращающая его в энергетический фильтр с высокой избирательностью. Эта особенность позволяет использовать РРФП для высокоразрешающей спектроскопии. На рис. 18а показана возможная схема эксперимента для измерения спектров неупругого ЯРР рентгеновских лучей [6, 17].

Например, рефлекс $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(1\ 6\ \bar{7}\ 22)$ высокоразрешающего монохроматора 1 с энергетическим разрешением 1.9 мэВ при $T = 150$ К соответствует энергии 14.4125 кэВ ядерного резонанса образца ^{57}Fe . Для этой энергии пучка лучшим выбором является рефлекс $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(1\ 3\ \square\ 4\ 28)$. При

$d_g = 280$ и $d = 150$ мкм энергетическое разрешение оптической системы $\Delta E/E \approx 10^{-8}$. Несмотря на то что РРФП по энергетическому разрешению, возможно, не будет иметь преимущества над последними разработками многокристалльных монохроматоров [115, 116], он должен превосходить их достаточно большой величиной приемного угла: $\omega_i = 2(\Delta E/E)_p^{1/2} \approx 10^{-4}$ рад [17].

При достаточно высокой добротности фильтра его узкая полоса пропускания сможет обеспечить продольную когерентность ~ 1 мм. Будущие источники рентгеновского излучения, базирующиеся на РЛСЭ, смогут обеспечить продольную когерентность того же порядка. Следовательно, возможно формирование объема когерентности

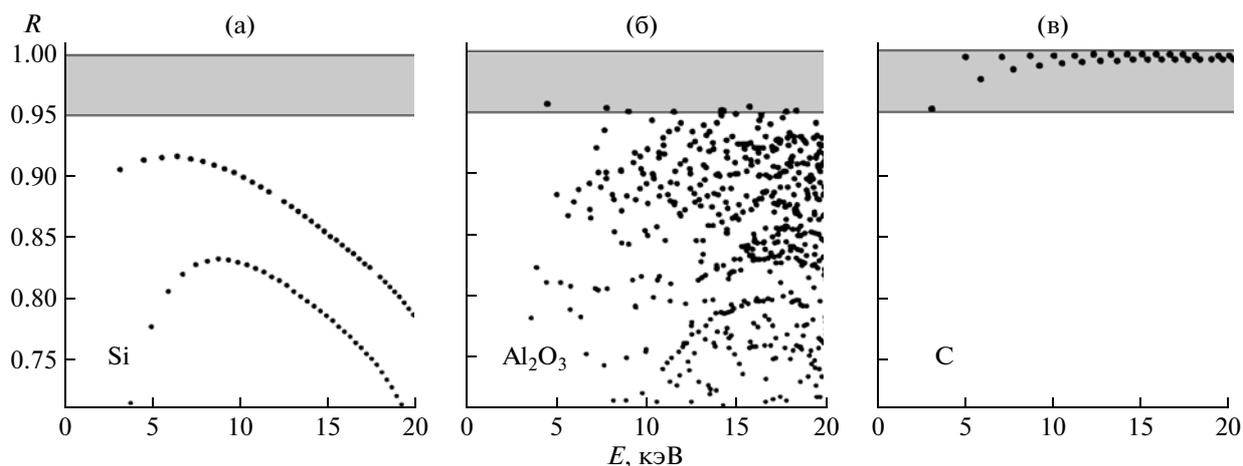


Рис. 19. Энергетические зависимости отражательной способности кристаллов кремния (а), сапфира [5, 17] (б) и алмаза [131] (в). Каждому разрешенному рефлексу соответствует точка.

~1 мм³, что позволит получать изображения фазовых объектов, в том числе голографические [5, 17].

Другой особенностью РРФП является его высокая фазовая чувствительность, возрастающая с увеличением добротности кристаллической полости (22). Последнее обстоятельство может обеспечить преимущество фильтра над распространенными методами получения фазового контраста [39].

Поскольку для получения фазового контраста необходимо, чтобы спектральная ширина первичного пучка была меньше ширины резонанса [17], следует использовать “составной” РРФП с двумя одинаковыми полостями (рис. 18б). При этом первая полость играет роль энергетического фильтра, формирующего пучок с заданными параметрами, а вторая является интерферометром. Помещение в него исследуемого объекта приведет к резонансному сдвигу и последующему изменению интенсивности прошедшего пучка.

Кроме того, РРФП открывает новые возможности для разработки различных схем ядерного γ -лазера, обеспечивая как накачку рентгеновского излучения, так и стимулирование γ -излучения [117, 118].

4. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МОНОХРОМАТОРОВ И КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЗЕРКАЛ

Несмотря на высокое совершенство, кристаллы кремния не всегда отвечают требованиям конкретного эксперимента.

Во-первых, нередко возникают трудности при выборе рефлекса, соответствующего энергии, близкой конкретной специфической энергии (например, энергии ядерного резонанса). Это объясняется тем, что для алмазоподобной кубической решетки кремния существуют жесткие

условия существования разрешенных рефлексов: сумма четных миллеровских индексов кратна четырем или все индексы нечетные (верхний и нижний ряды точек соответственно на рис. 19а).

Во-вторых, из-за высокой симметрии решетки кремния при точном выполнении условия ОР наблюдается эффект многоволнового рассеяния, приводящий к ослаблению отраженного (прошедшего) пучка (разд. 3.3.4.2).

В-третьих, отражательная способность кремния в условии ОР невелика (не достигает 95%, рис. 19а), что связано с низкой температурой Дебая $\Theta_D \approx 530$ К и, следовательно, малыми фактором Дебая–Валлера и амплитудой рассеяния. Последнее обстоятельство требует для формирования дифракционного пика большого количества отражающих плоскостей, что приводит к увеличению поглощения РЛ и уменьшению отражательной способности кристалла [5, 17].

Несмотря на поглощение РЛ, можно добиться ситуации, когда отражательная способность кристалла будет близка к 100%. Для этого длина фотопоглощения должна быть много больше длины экстинкции ($1/\mu \gg \Lambda$). Данное требование выполнимо для “жесткой” кристаллической решетки с малой амплитудой термовибраций (высокой температурой Дебая), состоящей из химических элементов с низким атомным номером. Поэтому среди кристаллов, привлекающих к себе внимание исследователей, находятся сапфир, алмаз, Ве, ВеО, SiС и т.д.

В противоположность “мягкому” кремнию сапфир (α -Al₂O₃) – “жесткий” кристалл с $\Theta_D \approx 900$ –1000 К. Он имеет ромбоэдрическую решетку, для которой в силу ее более низкой симметрии существует малая вероятность многоволновой дифракции и большое количество разрешенных рефлексов (рис. 19б). Количество рефлексов в об-

ласти энергий 10–25 кэВ таково, что один рефлекс приходится на ~15 эВ. Для монокристаллов сапфира грубая подстройка по энергии может быть осуществлена “переключением” с одного рефлекса на другой, а тонкая – изменением температуры кристалла. Нагрев или охлаждение в интервале не более 100 К от комнатной температуры обеспечивает осуществление ОР для $E > 10$ кэВ.

Однако сравнение экспериментально полученных величин энергетического разрешения кремния и сапфира (табл. 2) будет не в пользу последнего: если для почти совершенных кристаллов кремния величины $\delta E^{\text{эксп}}$ и $(\delta E)_k^{\text{теор}}$ мало отличается друг от друга, то для несовершенных кристаллов сапфира [5], как правило, $\delta E^{\text{эксп}} \gg (\delta E)_k^{\text{теор}}$. Тем не менее из-за высокой отражательной способности (табл. 2) и большего количества разрешенных рефлексов кристаллы сапфира с успехом используются в качестве монохроматоров ОР [102, 119–123], анализаторов [124] и зеркал кристаллической полости [5, 94, 98].

Наибольшее количество рефлексов сапфира, как демонстрирует рис. 19, соответствует жесткой области спектра ($E > 10$ кэВ). Для работы в области низких энергий (5–12 кэВ) авторами [126–129] предложено использовать кристаллы кварца. В этой области энергий у кварца существует 184 рефлекса, соответствующих ОР, в то время как у кремния – только 22 [128]. Кристаллы кварца могут быть достаточно совершенны [128], а их отражательная способность сравнима с отражательной способностью кристаллов сапфира [126]. Энергетическое разрешение кварца составляет несколько миллиэлектронвольт; например для рефлекса (0 6 10) при $E = 14.4$ кэВ $\delta E^{\text{эксп}} = 1.14(33)$ мэВ [129], а для рефлекса (7 $\bar{4}$ $\bar{3}$ 4) ($E = 9.979$ кэВ) $\delta E^{\text{эксп}} = 2.9\text{--}4$ мэВ [128].

Как было отмечено выше, для изготовления рентгенооптических элементов предпочтительно использовать кристаллы с высокой температурой Дебая и состоящие из химических элементов с малыми атомными номерами. Учитывая это, алмаз ($\Theta_D = 2240$ К [130], $Z = 6$) должен обладать рекордно высоким коэффициентом отражения РЛ [131] (рис. 19в). Кроме этого, алмаз обладает высокой прочностью, малым коэффициентом линейного расширения, хорошей теплопроводностью. Поэтому его следует признать перспективным материалом для изготовления кристаллических зеркал для РРФП и РЛСЭ [96, 98, 132].

Таблица 2. Теоретические $(\delta E)_k^{\text{теор}}$ и экспериментальные $\delta E^{\text{эксп}}$ значения энергетического разрешения кристаллов кремния и сапфира для различных рефлексов и соответствующих им энергий РЛ при ОР

Рефлекс	Энергия, кэВ	$(\delta E)_k^{\text{теор}}$, мэВ [5, 62]	$\delta E^{\text{эксп}}$, мэВ
Si (777)	13.839	5.13	7.6 ± 0.2 [50]
Si (888)	15.816	4.42	5.5 ± 0.2 [50]
Si (999)	17.793	1.99	3.0 ± 0.2 [50]
Si (11 11 11)	21.75	0.85	1.7 ± 0.5 [57] 1.5 ± 0.1 [50]
Si (13 13 13)	25.70	0.37	1.0 ± 0.1 [50] 0.45 ± 0.05 [24]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1 3 $\bar{4}$ 28)	14.412	5.9	10.0 [30] 6.5 [125]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (3 2 $\bar{5}$ 43)	21.541	0.56	8.7 [102] 8.3 [125]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1 9 $\bar{10}$ 40)	23.880	1.8	11.5 [102]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (6 5 $\bar{11}$ 40)		1.1	14.5 [125]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (3 2 $\bar{5}$ 52)	25.651	0.66	8.0 [102] 7.6 [125]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (15 13 $\bar{28}$ 14)	37.130	0.41	4.5 [119]

5. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБРАТНОГО ОТРАЖЕНИЯ ДЛЯ СТРУКТУРНОЙ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ КРИСТАЛЛОВ

Две особенности обратного рассеяния РЛ – узкая спектральная полоса пропускания и аномально широкая КДО кристалла – способствовали усовершенствованию экспериментальных методик, используемых для изучения структурных особенностей материалов. Первая особенность помогла значительно увеличить точность определения отношения d/λ , вторая открыла новые возможности для исследования несовершенных (мозаичных) кристаллических объектов с помощью таких методик, как рентгеновская топография, метод СРВ, порошковая спектроскопия.

5.1. Прецизионное определение параметров кристаллической решетки и длин волн источников γ -излучения

Как следует из уравнения Вульфа–Брэгга, чувствительность рентгеновской дифракции к изменению величины межплоскостного расстояния пропорциональна $\text{tg}\theta$. Поэтому в 70-х гг. прошлого столетия появились работы по прецизионному определению параметра решетки с исполь-

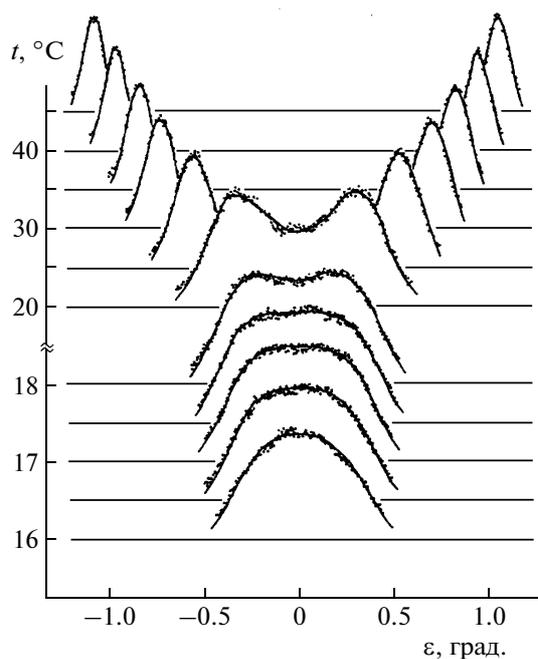


Рис. 20. Экспериментальные (точки) и расчетные (непрерывные кривые) угловые зависимости коэффициента отражения кристалла германия в области ОР рентгеновских лучей для разных температур образца. Излучение $\text{CoK}_{\alpha 1}$, рефлекс (620) [13].

зованием брэгговских углов, приближающихся к 90° [133, 134].

В одной из первых работ [13] по определению параметра решетки при выполнении условия квази-ОР ($\epsilon \sim (2|\chi_{hr}|)^{1/2}$) использовался метод Бонда [135]: измерялся угол между двумя положениями образца, соответствующими углам рассеяния 2θ и -2θ , равный в данном случае 2ϵ (рис. 20). Подставляя величину этого угла в (5), авторы [13] определили параметр решетки кристалла германия. Схема эксперимента приведена в левой части рис. 26. Точность определения отношения d/λ составила 1.3×10^{-6} .

Дальнейшее развитие рассмотренный метод получил в [136], где использовалась схема некопланарной дифракции, в которой отражающие кристаллические плоскости перпендикулярны поверхности кристалла ($\varphi = 90^\circ$). В этом случае как падающий, так и дифрагированный пучки одновременно могут составлять малые углы с поверхностью и претерпевать сильное зеркальное отражение [137]. Главная особенность зеркального отражения при одновременном выполнении условий скользящей дифракции заключается в том, что оно дает информацию об ультратонких приповерхностных слоях кристалла. При соблюдении условия ОР становится возможным определение параметра решетки приповерхностного слоя кристалла в нанометровом диапазоне. Отличитель-

ная особенность метода — отсутствие необходимости использования полупрозрачного дефлектора или детектора, так как измерения могут быть проведены с использованием зеркально отраженного пучка.

Для случая, когда $\epsilon \leq (2|\chi_{hr}|)^{1/2}$, параметр решетки мало чувствителен к углу Брэгга, а точность ориентировки образца не критична. Единственный параметр, измеряемый с высокой степенью точности, — энергия пучка. В конечном счете точность определения межплоскостного расстояния лимитируется спектральной полосой пропускания исследуемого кристалла, спектральной расходимостью падающего на него пучка и ошибкой в определении положения дифракционного пика. Ясно, что для определения абсолютной величины параметра (параметров) решетки или длины волны излучения необходимо использовать эталон длины [5, 17, 125].

Например, в [138] для определения параметров кристаллической решетки сапфира в качестве эталона длины использовалось γ -излучение ^{57}Fe (схема эксперимента показана на рис. 2д). Отличительной особенностью данного мессбауэровского излучения является его уникально малая спектральная ширина $\delta\lambda/\lambda = 3.5 \times 10^{-13}$, а также прекрасная воспроизводимость (с точностью $\sim 10^{-11}$) вне зависимости от внешних факторов (температуры, давления и т.п.). Длина волны λ_{Fe} γ -излучения ^{57}Fe предварительно определена в [33] с высокой степенью точности ($\lambda_{\text{Fe}} = 0.86025474(16) \text{ \AA}$) с использованием в качестве стандарта кристалла кремния с параметром решетки $a_{\text{Si}} = 5.43102030(36) \text{ \AA}$ [139] (эталонный кристалл кремния был использован авторами [140] для определения абсолютной величины параметра решетки германия).

Поскольку в [138] также определены коэффициенты линейного расширения сапфира, кристалл сапфира в свою очередь был использован как эталон для прецизионного определения длин волн γ -излучения ^{151}Eu , ^{119}Sn , ^{161}Dy . Точности их определения уступают точности определения λ_{Fe} (для сравнения: $\lambda_{\text{Eu}} = 0.57556185(27)$, $\lambda_{\text{Sn}} = 0.51920811(39)$, $\lambda_{\text{Dy}} = 0.48334336(19) \text{ \AA}$) из-за неопределенности полученных параметров сапфира ($a = 4.759213(8)$, $c = 12.991586(4) \text{ \AA}$ для $T = 295.65 \text{ K}$). Измеренные γ -излучения могут быть использованы как эталоны длин волн в “востребованном” диапазоне энергий 21–26 кэВ.

В случае прецизионного определения относительной величины параметра эталон может находиться “внутри” исследуемого образца (например, при исследовании гетероэпитаксиальной структуры [141, 142] эталоном является подложка) или при изучении внешних воздействий на образец (в частности, температурных — при изме-

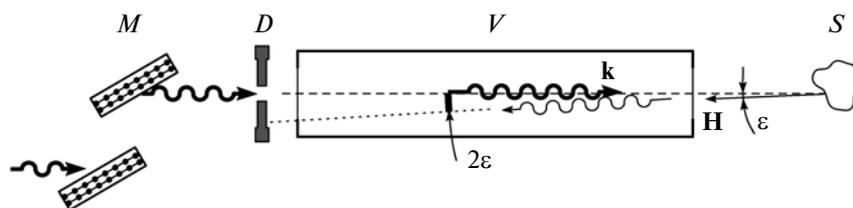


Рис. 21. Схема эксперимента для исследования поликристаллов. *M* — двухкристальный C(111)-монокроматор; *D* — два лавинных фотодиода, расположенные на расстоянии 2 мм над и под первичным пучком с волновым вектором *k* и на расстоянии 6 м от образца; *V* — вакуумируемый объем; *S* — образец.

рении коэффициента линейного расширения [44]) вовсе отсутствовать.

Как отмечалось ранее, точность определения параметра решетки в значительной степени определяется спектральной полосой пропускания монокроматора. Используя монокроматор с энергетическим разрешением ~ 1 мэВ, состоящий из шести кристаллов кремния [116], авторам [143, 144] удалось определить параметр решетки алмаза с уникально высокой относительной точностью, равной 1.2×10^{-8} .

5.2. Использование ОР для исследования несовершенных (мозаичных) кристаллов

Одними из первых обратили внимание на возможность использования ОР рентгеновских лучей для исследования мозаичных кристаллов Хашизуме и Накахата [16]. Они независимо от Бедзика [15] указали на перспективность применения ОР в методе СРВ: до этого несовершенство реальных кристаллов ограничивало область применения метода.

Одна из первых работ в этой области появилась в 1987 г. [14]. Метод завоевал популярность, о чем свидетельствует появление большого количества работ, частично отраженных в обзорах [19, 20] и недавних публикациях [145, 146]. Метод может использоваться для изучения поверхности кристаллов (в том числе приповерхностных нанослоев [147]), структуры различных адсорбентов, границ “металл—органическая пленка”, несовершенных кристаллических объектов (например, квазикристаллов [148]) и т.д.

Рентгенотопографический контраст определяется как локальным изменением (градиентом) межплоскостного расстояния, так и локальной разориентацией отражающих плоскостей. Эти два эффекта удается разделить с помощью трехкристальной топографии [149]. Задача упрощается при использовании обратного рассеяния РЛ: открывается возможность высокоточного исследования изменения межплоскостного расстояния в мозаичных и деформированных (например, изогнутых в процессе изготовления) кристаллах больших размеров [36, 128].

В [150] показана возможность использования ОР рентгеновских лучей для исследования поликристаллических образцов. В отличие от обычных рентгенодифракционных методов здесь угол рассеяния РЛ устанавливается равным 180° , а регистрация дифракционных пиков происходит при изменении энергии пучка. Подобная схема эксперимента (рис. 21) имеет ряд преимуществ: во-первых, траектории падающего на образец и отраженного пучков практически совпадают, что важно при исследовании объектов, помещенных в алмазную наковальню, криостат, печьку и т.п.; во-вторых, отпадает необходимость в утомительной точной юстировке образца. Цена этих преимуществ — более низкая (по сравнению с монокристаллом) точность измерений, зависящая от энергетического разрешения монокроматора, а также от энергетической ширины дифракционного максимума (для мелких поликристаллических частиц она ~ 1 эВ).

Например, относительная точность определения параметров порошка $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при использовании двухкристального бездисперсионного алмазного монокроматора с полосой пропускания 1 эВ равнялась 10^{-5} , что значительно лучше, чем для обычных порошковых методов [17].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренные примеры доказывают перспективность использования эффекта ОР для решения многих современных задач в области рентгеновской оптики, метрологии и изучения реальной структуры кристаллов различной степени совершенства. Дальнейшее развитие метода в области рентгеновской оптики, по-видимому, будет связано с поиском и выращиванием достаточно совершенных кристаллов, способных обеспечить коэффициент отражения РЛ, близкий к 100%. В области метрологии и структурной характеристики кристаллических объектов в связи с продолжающимся совершенствованием источников СИ лидирующие позиции сможет завоевать мессбауэровское резонансное излучение, обладающее сверхмалой спектральной расходимостью ($\delta\lambda/\lambda \sim 10^{-13}$) и, следовательно, хорошей продольной

когерентностью (~10 см), необходимой для создания функционирующих рентгеновских резонаторов Фабри–Перо и получения голограмм твердотельных объектов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пинскер З.Г. // Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в идеальных кристаллах. М.: Наука, 1974. 368 с.
2. Batterman B.W., Cole H. // Rev. Mod. Phys. 1964. V. 36. P. 681.
3. Matsushita T., Hashizume H. // X-ray monochromators / Ed. Koch E. Handbook on synchrotron radiation. V. 1. Amsterdam: North-Holland, 1983. P. 261.
4. Toellner T.S. // Hyperfine Interact. 2000. V. 125. P. 3.
5. Shvyd'ko Y.V. // X-Ray Optics. Optic. Sci. V. 98. Berlin: Springer Verlag, 2004.
6. Burkel E. // Rep. Prog. Phys. 2000. V. 63. P. 171.
7. Nuclear Resonant Scattering of Synchrotron Radiation / Ed. Gerdau E., de Waard H. Oxford: Baltzer Science Publishers, 1999.
8. Kohra K., Matsushita T. // Z. Naturforsch. A. 1972. B. 27. S. 484.
9. Brummer O., Hoche H.R., Nieber J. // Phys. Status Solidi. A. 1979. V. 53. P. 565.
10. Caticha A., Caticha-Ellis S. // Phys. Rev. B. 1982. V. 25. P. 971.
11. Graeff W., Materlik G. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. 1982. V. 195. P. 97.
12. Кушнир В.И., Суворов Э.В. // Письма в ЖЭТФ. 1986. Т. 44. № 4. С. 205.
13. Стецко Ю.П., Кшевевцкий С.А., Михайлюк И.П. // Письма в ЖТФ. 1988. Т. 14. № 1. С. 29.
14. Woodruff D.P., Seymour D.L., McConville C.F. et al. // Phys. Rev. Lett. 1987. V. 58. № 14. P. 1460.
15. Bedzyk M.J. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1988. V. 266. P. 679.
16. Hashizume H., Nakahata T. // Jpn. J. Appl. Phys. 1988. V. 27. P. L1568.
17. Shvyd'ko Y.V. // X-ray resonators and other applications of Bragg backscattering. Habilitationsschrift. Hamburg: DESY, 2002. (www-library.desy.de/diss02.html (DESY-Thesis-2002-028)).
18. Vartanyants I.A., Kovalchuk M.V. // Rep. Prog. Phys. 2001. V. 64. P. 1009.
19. Woodruff D.P. // Prog. Surf. Sci. 1998. V. 57. P. 1.
20. Woodruff D.P. // Rep. Prog. Phys. 2005. V. 68. P. 743.
21. Kato N. // J. Phys. Soc. Jpn. 1964. V. 19. P. 971.
22. Hart M. // Z. Phys. 1966. V. 189. № 3. P. 269
23. Kushnir V.I., Suvorov E.V. // Phys. Status Solidi. A. 1990. V. 122. P. 391.
24. Verbeni R., Sette F., Krisch M. et al. // J. Synchrotron Rad. 1996. V. 3. P. 62.
25. Nikulin A.Yu., Ignatiev A.Yu. // Phys. Rev. Lett. 1996. V. 76. № 20. P. 3731.
26. Кулипанов Г.Н. // УФН. 2007. Т. 177. № 4. С. 384.
27. Caticha-Ellis S., Boyce R., Winick H. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1990. V. 291. P. 132.
28. Cusatis C., Udron D., Mazzaro I. et al. // Acta Cryst. A. 1996. V. 52. P. 614.
29. Sutter J.P., Alp E.E., Hu M.Y. et al. // Phys. Rev. B. 2001. V. 63. P. 094111.
30. Shvyd'ko Y.V., Gerdau E., Jäschke J. et al. // Phys. Rev. B. 1998. V. 57. P. 4968.
31. Baron A.Q.R. // Hyp. Interact. 2000. V. 125. P. 29.
32. Wegrzecka I., Grynglas M., Wegrzecki M. // Opto-Electronic Rev. 2004. V. 12. № 1. P. 95.
33. Shvyd'ko Y.V., Lerche M., Jäschke J. et al. // Phys. Rev. Lett. 2000. V. 85. P. 495.
34. Lucht M., Lerche M., Wille H.-C J., et al. // J. Appl. Cryst. 2003. V. 36. P. 1075.
35. Hönnicke M.G., Cusatis C. // Acta Cryst. A. 2005. V. 61. P. C142.
36. Hönnicke M.G., Cusatis C. // J. Appl. Cryst. 2009. V. 42. P. 999.
37. Hönnicke M.G., Kakuno E.M., Cusatis C. et al. // J. Appl. Cryst. 2004. V. 37. P. 451.
38. Hönnicke M.G., Cusatis C. // J. Phys. D: Appl. Phys. A. 2005. V. 38. P. 73.
39. Fitzgerald R. // Phys. Today. 2000. V. 53. № 7. P. 23.
40. Momose A., Hirano K. // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. S. 1. P. 625.
41. Ramírez-Jiménez F.J. // AIP Conf. Proc. 2008. V. 1026. P. 213.
42. Chang S.-L., Stetsko Yu.P., Tang M.-T. et al. // Phys. Rev. Lett. 2005. V. 94. P. 174801.
43. Чжанг Ш. // Кристаллография. 2007. Т. 52. № 1. С. 27.
44. Giles C., Adriano C., Freire Lubambo A. et al. // J. Synchrotron Rad. 2005. V. 12. P. 349.
45. Kushnir V.I., Abbamonte P.M., Macrander A.T. et al. // Proc. SPIE. 1997. V. 3151. P. 324.
46. Verbeni R., Pylkkanen T., Huotari S. et al. // J. Synchrotron Rad. 2009. V. 16. P. 469.
47. Ruocco G., Sette F. // Phys.: Condens. Matter. 1999. V. 1. P. R259.
48. Pontecorvo E., Di Leonardo R., Masciovecchio C. et al. // Pure Appl. Chem. 2004. V. 76. № 1. P. 79.
49. Fiquet G., Badro J., Guyot F. // Phys. Earth Planet Int. 2004. V. 143–144. P. 5.
50. D'Astuto M., Krisch M. // Collection SFN. 2010. V. 10. P. 487.
51. Suortti P., Freund A.K. // Rev. Sci. Instrum. 1989. V. 60. P. 2579.
52. Kushnir V.I., Macrander A.T. // Nucl. Instrum. Methods. A. 1994. V. 347. P. 331.
53. Kushnir V.I., Popovici M. // Rev. Sci. Instrum. 1996. V. 67. № 9. P. 3366.
54. Лидер В.В., Баронова Е.О., Степаненко М.М. // Кристаллография. 2001. Т. 46. № 3. С. 391.
55. Dorner B., Peisl H. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. 1983. V. 208. P. 587.
56. Dorner B., Burkel E., Peisl J. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1986. V. 246. P. 450.
57. Masciovecchio C., Bergmann U., Krisch M. et al. // Nucl. Instrum. Methods. B. 1996. V. 111. P. 181.

58. Masciovecchio C., Bergmann U., Krisch M. et al. // Nucl. Instrum. Methods. B. 1996. V. 117. P. 339.
59. Schwoerer-Böhning M., Macrander A.T., Abbamonte P.M. // Rev. Sci. Instrum. 1998. V. 69. № 9. P. 3109.
60. Sinn H. // J. Phys.: Condens. Matter. 2001. V. 13. P. 7525.
61. Sinn H., Alp E.E., Alatas A. et al. // Nucl. Instrum. Methods A. 2001. V. 467–468. P. 1545.
62. Sinn H., Moldovan N., Said A.H. et al. // Proceedings of SPIE. 2002. V. 4783. P. 123.
63. Huotari S., Albergamo F., Vankó Gy // Rev. Sci. Instrum. 2006. V. 77. P. 053102.
64. Huotari S., Vankó Gy., Albergamo F. et al. // J. Synchrotron Rad. 2005. V. 12. P. 467.
65. Verbeni R., Kocsis M., Huotari S. et al. // J. Phys. Chem. Solids. 2005. V. 66. P. 2299.
66. Said A.H., Sinn H.R., Divan H. // J. Synchrotron Rad. 2011. V. 8. P. 92.
67. Sette F., Ruocco G., Krisch M. et al. // Phys. Rev. Lett. 1995. V. 75. P. 850.
68. Sette F., Krisch M.H., Masciovecchio C. et al. // Science. 1998. V. 280. P. 1550.
69. Krisch M., Loubeyre P., Ruocco G. et al. // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 89. P. 125502.
70. Sinn H., Sette F., Bergmann U. et al. // Phys. Rev. Lett. 1997. V. 78. P. 1715.
71. Scopigno T., Filipponi A., Krisch M. et al. // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 89. P. 255506.
72. Scopigno T., Di Leonardo R., Ruocco G. et al. // Phys. Rev. Lett. 2004. V. 92. P. 025503.
73. Fiquet G., Badro J., Guyot F. // Phys. Earth Planet Int. 2004. V. 143–144. P. 5.
74. Shukla A., Calandra M., d'Astuto M. et al. // Phys. Rev. Lett. 2003. V. 90. P. 095506.
75. D'Astuto M., Giura P., Krisch M. et al. // Physica B. 2002. V. 316–317. P. 150.
76. Wong J., Krisch M., Farber D. et al. // Science. 2003. V. 301. P. 1078.
77. Chen P.-J., Liu Y., Weiss T.M. et al. // Biophys. Chem. 2003. V. 105. P. 721.
78. Krisch M., Sette F. Light Scattering in Solid IX / Eds. Cardona M., Merlin R. Topics Appl. Physics. Berlin: Springer, 2007. V. 108. P. 317.
79. Huotari S., Vankó Gy., Albergamo F. et al. // J. Synchrotron Rad. 2005. V. 12. P. 467.
80. Caciuffo R., Melone S., Rustichelli F. et al. // Phys. Rep. 1987. V. 152. № 1. P. 1.
81. Malgrange C. // Acta Phys. Polonica. 1992. V. 82. P. 13.
82. Deslettes R.D. // Appl. Phys. Lett. 1968. V. 12. P. 133.
83. Cotterill R.M.J. // Appl. Phys. Lett. 1968. V. 12. P. 403.
84. Gabrielyan R.Ts., Toneyan A.H., Semerjyan O.S. // J. Contemporary Phys. 2007. V. 42. № 2. P. 75.
85. Van der Veen J.F., Pfeiffer F. // J. Phys: Condens. Matter. 2004. V. 16. P. 5003. 2005. V. 17. P. 6109.
86. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 5486.
87. Raven C., Snigirev A., Snigireva I. et al. // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 69. P. 23.
88. Lengeler B. // Naturwissenschaften. 2001. V. 88. P. 249.
89. Espeso J.I., Cloetens P., Baruchel J. et al. // J. Synchrotron Rad. 1998. V. 5. № 5. P. 1243.
90. Cloetens P., Ludwig W., Baruchel J. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. A. 1999. V. 32. P. 145.
91. Hönnicke M.G., Kakuno E.M., Kellerman G. et al. // Optics Express. 2008. V. 16. № 13. P. 9284.
92. Liss K.-D., Hock R., Gomm M. et al. // Nature. 2000. V. 404. P. 371.
93. Liss K.-D., Hock R., Gomm M. et al. // Proc. of SPIE. 2001. V. 4143. P. 78.
94. Shvyd'ko Y.V., Lerche M., Wille H.-C. et al. // Phys. Rev. Lett. 2003. V. 90. P. 013904.
95. Слабко В.В. // Соросовский образовательный журнал. 1997. № 1. С. 79.
96. Lindberg R.R., Kim K.-J., Shvyd'ko Yu. et al. // Phys. Rev. ST Accel. Beams. 2011. V. 14. P. 010701.
97. Colella R., Luccio A. // Opt. Commun. 1984 V. 50. P. 41.
98. Kim K.-J., Shvyd'ko Y., Reiche S. // Phys. Rev. Lett. 2008. V. 100. P. 244802.
99. Steyerl A., Steinhäuser K.-A. // Z. Phys. B. 1979. B. 34. S. 221.
100. Caticha A., Caticha-Ellis S. // Phys. Status. Solidi. A. 1990. V. 119. P. 643.
101. Caticha A., Aliberty K., Caticha-Ellis S. // Rev. Sci. Instrum. 1996. V. 67. P. 3380.
102. Shvyd'ko Y.V., Gerdau E. // Hyp. Interact. 1999. V. 123/124. P. 741.
103. Kohn V.G., Shvyd'ko Y.V., Gerdau E. // Phys. Status Solidi. B. 2000. V. 221. P. 597.
104. Chang S.-L., Stetsko Yu.P., Tang M.-T. et al. // Phys. Rev. B. 2006. V. 74. P. 134111.
105. Chen S.-Y., Chang Y.-Y., Tang M.-T. et al. // Proc. of SPIE. 2008. V. 7077. P. 70770J.
106. Chang Y.-Y., Chen S.-Y., Wu H.-H. et al. // Opt. Express. 2010. V. 18. № 8. P. 7886.
107. Chang Y.-Y., Chen S.-Y., Weng S.-C. // X-Ray Opt. Instrum. 2010. V. 2010. Article ID 421945.
108. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I. et al. // Appl. Opt. 1998. V. 37. P. 653.
109. Кон В.Г., Кон И.В., Манькин Э.А. // ЖЭТФ. 1999. Т. 116. С. 940.
110. Sutter J.P., Alp E.E., Hu M.Y. // Phys. Rev. B. 2001. V. 63. P. 094111.
111. Giles C., Cusatis C. // Appl. Phys. Lett. 1991. V. 59. P. 641.
112. Kikuta S., Imai Y., Iizuka T. et al. // J. Synchrotron Rad. 1998. V. 5. P. 670.
113. Chiu M.-S., Stetsko Yu.P., Chang S.-L. // Acta Cryst. A. 2008. V. 64. P. 394.
114. Seto M., Yoda Y., Kikuta S. et al. // Phys. Rev. Lett. 1995. V. 74. P. 3828.
115. Yabashi M., Tamasaki K., Kikuta S. et al. // Rev. Sci. Instrum. 2001. V. 72. P. 4080.
116. Toellner T.S., Alatas A., Said A.H. // J. Synchrotron Rad. 2011. V. 18 P. 605.
117. Задерновский А.А. // Радиоэлектроника. Наносистемы. Информационные технологии. 2009. Т. 1. № 1–2. С. 33.

118. *Zadernovsky A.A.* // Laser Physics. 2004. V. 14. № 4. P. 448.
119. *Wille H.-C., Hermann R.P., Sergueev I. et al.* // Phys. Rev. B. 2007. V. 76. P. 140301.
120. *Wille H.-C., Hermann R.P., Sergueev I. et al.* // Europhys. Lett. 2010. V. 91. P. 62001.
121. *Van der Linden P., Wille H.-C., Shvyd'ko Yu.V.* // AIP Conf. Proc. 2007. V. 879. P. 915.
122. *Shvyd'ko Y.V., Gerken M., Franz H. et al.* // Europhys. Lett. 2001. V. 56. P. 39.
123. *Sergeev I., Wille H.-C., Hermann R.P. et al.* // J. Synchrotron Rad. 2011. V. 18. № 5. P. 802.
124. *Yavas H., Alp E.E., Sinn H. et al.* // Nucl. Instrum. Methods. A. 2007. V. 582. P. 149.
125. *Lucht M.* The Wavelength of the 14.4 keV Mossbauer Radiation in ^{57}Fe : A Novel Length Standard For Atomic Scales New Measurements and First Applications. Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades des Fachbereichs Physik der Universität Hamburg. 2005.
126. *Baron A.Q.R., Sutter J.P., Ishikawa T. et al.* // Acta Cryst. A. 2005. V. 61. P. C135.
127. *Sutter J.P., Baron A.Q.R., Ishikawa T. et al.* // J. Phys. Chem. Solids. 2005. V. 66. № 12. P. 2306.
128. *Sutter J.P., Baron A.Q.R., Miwa D. et al.* // J. Synchrotron Rad. 2006. V. 13. P. 278.
129. *Imai Y., Yoda Y., Zhang X. et al.* // AIP Conf. Proc. 2007. V. 879. P. 930.
130. *Gschneidner K.A.* // Solid State Phys. 1964. V. 16. P. 275.
131. *Shvyd'ko Y.V., Stoupin S., Cunsolo A. et al.* // Nature Physics. 2010. V. 6. P. 196.
132. *Kim K.-J., Shvyd'ko Y.* // Phys. Rev. Phys. Spec. Top Accel. Beams. 2009. V. 12. P. 030703.
133. *Freund A., Schneider J.* // J. Cryst. Growth. 1972. V. 13–14. P. 247.
134. *Okazaki A., Kawaminami M.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1973. V. 12. P. 783.
135. *Bond W.L.* // Acta Cryst. 1960. V. 3. P. 814.
136. *Stepanov S.A., Kondrashkina E.A., Novikov D.V.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1991. V. 301. P. 350.
137. *Afanas'ev A.M., Melkonyan M.K.* // Acta Cryst. A. 1983. V. 39. P. 207.
138. *Shvyd'ko Y.V., Lucht M., Gerdau E. et al.* // J. Synchrotron Rad. 2002. V. 9. P. 17.
139. *Becker P., Dorenwendt K., Ebeling G. et al.* // Phys. Rev. Lett. 1981. V. 46. P. 1540.
140. *Hu M.Y., Sinn H., Alatas A. et al.* // Phys. Rev. B. 2003. V. 67. P. 113306.
141. *Wille H.-C., Shvyd'ko Y.V., Gerdau E. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 89. P. 285901.
142. *Чен Т.* // Письма в ЖТФ. 2003. Т. 29. № 3. С. 89.
143. *Stoupin S., Shvyd'ko Y.V.* // Phys. Rev. Lett. 2010. V. 104. P. 085901.
144. *Stoupin S., Shvyd'ko Y.V.* // Phys. Rev. B. 2011. V. 83. P. 104102.
145. *Hauschild A., Temirov R., Soubatch S. et al.* // Phys. Rev. B. 2010. V. 81. P. 125432.
146. *Kröger I., Stadtmüller B., Kleimann C. et al.* // Phys. Rev. B. 2011. V. 83. P. 195414.
147. *Stepanov S.A.* // Phys. Status Solidi. A. 1992. V. 132. № 1. P. 9.
148. *Jach T., Zhang Y., Colella R. et al.* // Phys. Rev. Lett. 1999. V. 82. P. 2904.
149. *Ishikawa N., Kitano T., Matsui J.* // J. Appl. Cryst. 1987. V. 20. P. 344.
150. *Shvyd'ko Y.V., Lucht M., Gerdau E. et al.* // Adv. Photon Source User Activity Report. 2000. V. 1. P. 467.